

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Univerzitní studijní programy

Zobrazování magnetických domén metodou
mikroskopie magnetických sil

*Imaging of magnetic domains by magnetic force
microscopy*

Student:

Bc. Dmitry Markov

Vedoucí diplomové práce:

Mgr. Jana Trojková, Ph.D.

Konzultant:

doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Univerzitní studijní programy
Katedra fyziky

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Dmitry Markov**
Studijní program: N3942 Nanotechnologie
Studijní obor: 3942T001 Nanotechnologie
Téma: **Zobrazování magnetických domén metodou mikroskopie magnetických sil**
Imaging of Magnetic Domains by Magnetic Force Microscopy
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

Předmětem diplomové práce je studium povrchových magnetických domén metodou mikroskopie magnetických sil (MFM).

V úvodní teoretické části práce bude podrobně vysvětlen princip metody, který bude zahrnovat rozbor silového působení mezi vzorkem a hrotem při AFM a MFM měření. Rešerše významných publikací k tomuto tématu poskytne přehled o vývoji a možnostech skenovací mikroskopie magnetických sil.

Praktická část práce bude prováděna na AFM-MFM mikroskopu NTEGRA Prima a bude zahrnovat dvě fáze. V první bude analyzován vliv různých volitelných parametrů měření, které nejsou v manuálu k přístroji dostatečně specifikovány, na kvalitu výsledného obrazu při MFM měření. Konkrétně bude sledován vliv typu hrotu, vliv vzdálenosti hrot-vzorek, vliv rychlosti a směru skenování, případně další. Cílem je optimalizovat postup práce při zobrazování magnetických domén.

Druhá fáze bude věnována studiu vlivu vnějších parametrů, zejména velikosti a směru externího magnetického pole, na strukturu pozorovaných magnetických domén. Zde je cílem, kromě ověření možností přístroje, charakterizovat chování konkrétního vzorku, nacházejícího se v daných podmínkách.

Závěrečné shrnutí stručně zhodnotí možnosti využití skenovací mikroskopie magnetických sil, její pozitiva a nevýhody.

Seznam doporučené odborné literatury:

M. Vůjtek, R. Kubínek a M. Mašláň. Nanoskopie. Univerzita Palackého, Olomouc 2012. ISBN 978-80-244-3102-4.

A. Hubert, R. Schäfer. Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures, Springer, 1998, ISBN 3-540-64108-4.

E. Meyer, H.J. Hug and R. Bennewitz. Scanning probe microscopy: The lab on a tip. Berlin: Springer, 2004. ISBN 3-540-43180-2.

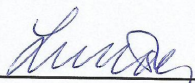
F.A. Ferri, M.A. Pereira-da-Silva and E. Marega Jr. Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications, Atomic Force Microscopy - Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale, Dr. Victor Bellitto (Ed.), InTech, 2012, DOI: 10.5772/34833.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

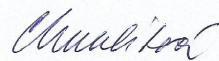
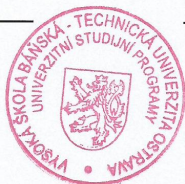
Vedoucí diplomové práce: **Mgr. Jana Trojková, Ph.D.**

Datum zadání: 26.10.2017

Datum odevzdání: 21.05.2018



prof. Dr. RNDr. Jiří Luňáček
vedoucí katedry



Ing. Zdeňka Chmelíková, Ph.D.
prorektorka pro studium

Prohlášení

- *Byl jsem seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 — využití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a využití díla školního a §60 – školní dílo.*
- *Beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB–TUO) má právo nevýdelečně, ke své vnitřní potřebě, diplomovou práci užít (§35 odst. 3).*
- *Souhlasím s tím, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB–TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé diplomové práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB–TUO.*
- *Bylo sjednáno, že s VŠB–TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.*
- *Bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB–TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB–TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).*
- *Místopřísežně prohlašuji, že celou diplomovou práci včetně příloh jsem vypracoval samostatně a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.*

V Ostravě dne 17. 5. 2018

Dmitry Markov

Poděkování

Rád bych poděkoval Mgr. Jana Trojkové, Ph.D. za vedení mé diplomové práce, cenné rady a všestrannou pomoc. Děkuji Ing. Kláře Drobíkové, Ph.D., za dlouhodobou podporu při měření na mikroskopu NT-MDT Ntegra Prima v rámci projektu IT4Innovations. Dále bych chtěl poděkovat doc. Ing. Ondřeji Životskému, Ph.D. za pomoc při zajištění vzorků, konzultace a proměření některých vzorků na MOKM, za což děkuji i Ing. Mgr. Kamile Hrabovské, Ph.D. Také chtěl bych poděkovat Dr. Ing. Daliboru Matýsku a Ing. Lucii Gembalové, Ph.D. za analýzu vzorků na elektronovém mikroskopu a vyhodnocení výsledku EDAX. Mé další poděkování je adresováno doc. Dr. Ing. Michalu Lesňákovi za zapůjčení granátových vzorků, na nichž jsem realizoval většinu měření.

Práce byla podpořena projektem Studentské grantové soutěže SP2018/43 a projekty Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (CZ.1.05/2.1.00/01.0040) a Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti (LO1203) pod MŠMT.

Abstrakt

Diplomová práce je věnována měření magnetických domén pomocí mikroskopu magnetických sil (MFM). Teoretický úvod je rozdělen na dvě části, v první jsou shrnuty základní potřebné vztahy a pojmy z oblasti magnetismu, magnetických vlastností látek, doménové struktury a jejích změn v magnetickém poli. V druhé části je přiblížen princip fungování mikroskopu AFM/MFM, módy měření a síly působící mezi vzorkem a hrotem. Praktická část zahrnuje rozbor a ukázky výstupů při změně významných parametrů měření, jako jsou vliv vzdálenosti hrot-vzorek, typy hrotů, zmagnetování hrotu, vliv externího magnetického pole na hrot, rychlost skenování. Následně je analyzováno chování epitaxní vrstvy $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ na podložkách gadolinium galiového granátu $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ v podélném (in plane) a příčném (out of plane) magnetickém poli.

Klíčová slova: magnetické domény, magnetické pole, $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$, AFM-MFM, MFM hroty.

Abstract

Diploma thesis is devoted to the measurement of magnetic domains by the Magnetic Force Microscope (MFM). Theoretical introduction includes two parts, where the first describes basic concepts and relationships of magnetism, some magnetic properties of materials, domain structures and their changes in the magnetic field. The second part explains the principles of AFM / MFM microscopy, measurement modes, forces between a tip and a sample surface. The practical part includes analysis and demonstration of influence of important measurement parameters, such as the influence of the tip-sample distance in lift-mode, tip types, tip magnetization, the influence of the external magnetic field on the tip, the scanning speed. Subsequently, the behavior of the epitaxial layer of $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ on the matrix of the gadolinium gallium garnet $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ in the in-plane and out-of-plane magnetic field is studied.

Keywords: magnetic domains, magnetic field, $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$, AFM-MFM, MFM tips.

Seznam zkratek a použitých symbolů

Zkratka	Význam
AFM	mikroskop atomárních sil (Atomic Force Microscopy)
AC	dynamický režim
BCC	kubická prostorově centrovaná mřížka
DFL	Rozdílový signál mezi horní a dolní polovinou fotodiody
DC	statický režim
EDX	energieově disperzní rentgenová spektroskopie
FCC	kubická plošně centrovaná mřížka
HCP	nejtěsnější šesterečná mřížka
LF	rozdílový signál mezi levou a pravou polovinou fotodiody
LPE	epitaxe s kapalnou fází
MFM	mikroskop magnetických sil (Magnetic Force Microscopy)
MOKM	magnetopotický Kerrův mikroskop
NC-AFM	bezkontaktní AFM (Noncontact Atomic Force Microscopy)
SEM	skenovací elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscopy)
SPM	skenovací mikroskopie (Scanning Probe Microscopy)
PV	piezovibrátor

Symbol	Význam
a	mřížkový parametr
A	Výměnná konstanta
\vec{B}	Indukce magnetického pole
E_{an}	Anizotropní energie
E_{ex}	Výměnná energie
E_{ms}	Magnetostatická energie
g_L	Orbitální gyromagnetický poměr
g_S	Spinový gyromagnetický poměr
\vec{H}	Intenzita magnetického pole

h	Planckova konstanta
$\hbar = \frac{h}{2\pi}$	Redukovaná Planckova konstanta
\vec{H}_S	Intenzita rozptylového (demagnetizačního) magnetického pole vzorku
\vec{J}	Výsledný moment atomu
J_{ex}	Výměnný integrál
K_u	Konstanta jednoosé anizotropie
k	Konstanta tuhosti
k_{ef}	Efektivní tuhost
\vec{L}	Orbitální moment hybnosti
$\vec{m},$	Magnetický moment
\vec{m}_L	Orbitální magnetický moment
\vec{m}_S	Spinový magnetický moment
\vec{M}_T	Magnetizace hrotu
\vec{M}	Objemova hustota magnetického momentu
\vec{p}	Dipólový moment
Q	Činitel jakosti
\vec{S}	Spin
T_C	Curieovy teplota
$\vec{\tau}$	Silový moment
U_{LJ}	Lennard-Jonesův potenciál
W_{orient}	Potenciál orientační interakce
W_{ind}	Potenciál indukční interakce
W_{disp}	Potenciál disperzní interakce
μ	Permitivita materiálu
δ	Efektivní tloušťka stěn
σ	Plošná energie doménové stěny
χ_m	Magnetická susceptibilita
μ_0	Permeabilita vakua
μ_r	Relativní permeabilita
μ_B	Bohrův magneton
ω	Úhlová frekvence kmitů

Obsah

Úvod	1
1 Magnetické vlastnosti látek. Domény	2
1.1 Magnetická stavba látek	2
1.2 Magnetické domény	6
1.2.1 Doménové stěny	6
1.2.2 Šířka magnetických domén	10
1.2.3 Změna doménové struktury v magnetickém poli	13
2 Princip měření AFM-MFM	16
2.1 Historie a základní princip AFM-MFM	16
2.2 Měřicí hroty	18
2.3 Síly působící mezi hrotem a povrchem	19
2.3.1 Meziatomární působení	19
2.3.2 Magnetické síly	23
2.4 Módy měření AFM	24
2.4.1 Kontaktní mód AFM	24
2.4.2 Nekontaktní mód AFM (NC-AFM)	26
2.4.3 Semikontaktní mód AFM	29
2.5 Metoda dvojího průchodu při AFM-MFM	30
3 Experimentální část	32
3.1 Měření bez přítomnosti vnějšího pole	32
3.1.1 Měřicí zařízení a vzorek	32
3.1.2 Použité hroty a zkušenosti s nimi	34
3.1.3 Artefakty a další problémy při měření	37

3.1.4	Vliv vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem v MFM měření	41
3.2	Měření ve vnějším magnetickém poli	45
3.2.1	Měření v podélném poli (in plane)	46
3.2.2	Měření v příčném poli (out of plane)	48
3.2.3	Shrnutí výsledků měření v magnetickém poli	52
Závěr		54
Literatura		56

Úvod

Motivací k této diplomové práci mi byly zkušenosti, které jsem získal při práci s AFM-MFM při zpracování své bakalářské práce, zaměřené na pozorování magnetických domén metodami magneto-optické Kerrovy mikroskopie a mikroskopie magnetických sil. MFM mikroskopie skýtá mnoho výhod, například rozlišení až k desítkám nm, současné získání informace o topografii vzorku a možnost eliminace vlivu povrchových struktur na měření i relativní nenáročnost přípravy vzorku. Současně jsem se setkal i s mnoha problémy a aspekty měření, které v materiálech k přístroji nebyly dobře popsány a člověku, který se s touto metodou teprve seznamuje, mohou působit problémy – zobrazení topografických struktur, které se ve skutečnosti na povrchu vzorku nevyskytují, pokles kontrastu obrazu, problém s přistáním i na hladkém vzorku, inverze obrazu a další. V rámci své diplomové práce jsem se proto zaměřil na tyto jevy a parametry, které je ovlivňují, a snažím se zmapovat alespoň ty nejběžnější z nich. V závěru jsem se věnoval vybranému vzorku a pokusil se charakterizovat jeho magnetickou strukturu pomocí MFM bez a v přítomnosti magnetického pole.

Kapitola 1

Magnetické vlastnosti látek. Domény

1.1 Magnetická stavba látek

Na magnetický dipól s magnetickým momentem \vec{m} , který se nachází ve vakuu v magnetickém poli indukce \vec{B} a intenzity \vec{H} , působí silový moment

$$\vec{\tau} = \vec{m} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{m} \times \vec{H},$$

který se jej snaží stočit do směru pole. S tím je spojena potenciální energie magnetického dipólu:

$$E = -\mu_0 \vec{m} \cdot \vec{H}.$$

V důsledku působení vnějšího magnetického pole na látku v ní může vzniknout uspořádání s nenulovým výsledným magnetickým momentem, které toto pole zesiluje nebo zeslabuje. Tento jev nazýváme magnetizací a stejně označujeme i veličinu, která udává objemovou hustotu magnetického momentu látky.

$$\vec{M} = \frac{d\vec{m}}{dV}.$$

Odezvu látky na vnější magnetické pole můžeme charakterizovat její magnetickou susceptibilitou χ_m , obecně je to bezrozměrná tenzorová veličina, pro kterou platí

$$\vec{M} = \chi_m \vec{H}.$$

Většinou je ale magnetizace paralelní nebo antiparalelní k magnetické intenzitě a susceptibilitu pak lze vyjádřit jako skalární veličinu. Magnetická indukce v látce je dána vztahem

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0(1 + \chi_m)\vec{H} = \mu_0\mu_r\vec{H} = \mu\vec{H},$$

kde μ_r je relativní permeabilita a μ permitivita materiálu.

Z hlediska odezvy materiálu na vnější magnetické pole rozlišujeme látky diamagnetické ($-1 < \chi_m < 0$), paramagnetické ($0 < \chi_m < 1$), feromagnetické ($\chi_m \gg 1$), antiferomagnetické a ferimagnetické. Diamagnetické látky vnější magnetické pole mírně zeslabují, paramagnetické látky je zesilují, feromagnetické látky magnetické pole silně zesilují a navíc si na mikroskopické úrovni uchovávají magnetické uspořádání i bez přítomnosti vnějšího pole. Povaha magnetického chování materiálu je závislá na teplotě, při určitých hodnotách se mění – např. všechny feromagnetické látky se nad svou tzv. Curieovou teplotou stávají paramagnetickými.

Odlišné makroskopické chování látek je dáno jejich vnitřní strukturou. Částice, které látku tvoří (protony, neutrony, elektrony), nesou magnetické momenty. Konkrétně pro orbitální magnetický moment elektronu v atomu \vec{m}_L a jeho spinový magnetický moment \vec{m}_S

$$\vec{m}_L = -\frac{g_L \mu_B \vec{L}}{\hbar}, \quad \vec{m}_S = -\frac{g_S \mu_B \vec{S}}{\hbar},$$

kde \vec{L} je orbitální moment hybnosti, \vec{S} je spin, μ_B Bohrov magneton a $g_L = 1$ a $g_S \doteq 2,0023$ jsou orbitální a spinový gyromagnetický poměr. Podobně nesou své momenty i částice v jádře atomu. Všechny momenty se skládají podle zákonů kvantové mechaniky ve výsledný moment atomu \vec{J} . Magnetický moment atomu či molekuly pak lze obdobně vyjádřit jako

$$\vec{m}_J = -\frac{g_J \mu_B \vec{J}}{\hbar}.$$

Pro chování látky v magnetickém poli je rozhodující magnetický moment (nespárovaných) elektronů v atomových obalech, protože moment jádra je zanedbatelný – využívá se ale např. při nukleární magnetické rezonanci.

Elektrony v atomu mají orbitální moment hybnosti a spin, k oběma přísluší odpovídající magnetické momenty. Vnitřní slupky elektronových obalů pevných látek bývají většinou uzavřené, s nulovým celkovým magnetickým momentem. Ve vnějším poli mají tyto elektrony diamagnetický efekt. Látky tvořené atomy s uzavřenými podslupkami jsou diamagnetické. Neuzavřené vnější slupky mohou být zdrojem magnetického momentu, avšak v pevných látkách tyto hladiny přecházejí v pásy společné všem atomům. Pohyb vodivostních elektronů v kovech vlivem vnějšího pole má diamagnetický efekt. Tyto elektrony nesou také spinový magnetický moment, který lze vnějším polem změnit s paramagnetickou odezvou. Protože je ale překlopení spinu možné pouze tehdy,

mají-li elektrony volné příslušné stavy (Pauliho princip), tato odezva nebývá velká. Podle toho, který efekt převáží, jsou tyto látky slabě diamagnetické či paramagnetické. Po vypnutí vnějšího pole se vracejí do neuspořádaného stavu.

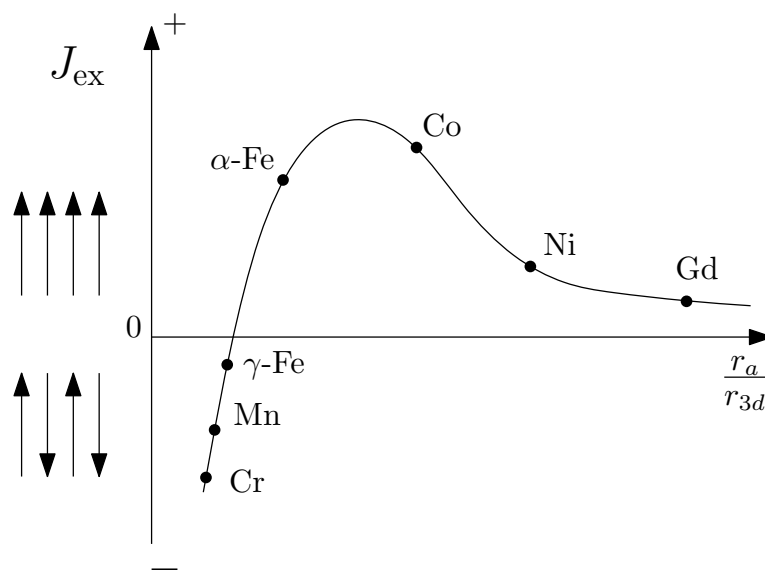
Výrazné magnetické vlastnosti mají látky, jejichž atomové obaly mají neuzavřené vnitřní podslupky ($3d$ pro feromagnetické železo, nikl či kobalt a antiferomagnetické chrom a mangan, $4f$ pro prvky vzácných zemin, které jsou silně paramagnetické a za nízkých teplot feromagnetické). Díky Hundovu pravidlu zde totiž elektrony obsazují přednostně stavy se stejným spinem, jejich úhrnný spinový magnetický moment tak může být velký. Jaké budou makroskopické vlastnosti takových látek, závisí na vzájemných interakcích mezi atomy a mezi elektrony, i různé krystalové mřížky téhož prvku mohou mít zcela jiné magnetické vlastnosti, obdobně i v případě sloučenin různých prvků.

Kromě sil známých z klasické teorie elektromagnetického pole zde hrají zásadní roli výměnné interakce, popisované až kvantovou fyzikou. Souvisí s nerozlišitelností elektronů, Pauliho vylučovacím principem a antisymetrickou vícečásticovou funkcí popisující soustavu fermionů. Uplatňují se nejen v magnetismu, ale i např. v teorii chemické vazby. Když se k sobě např. atomy vodíku dostatečně přiblíží, jejich elektronové obaly se překryjí a elektrony jsou sdíleny oběma atomy. Tento „společný“ stav je možno obsadit dvěma elektrony jen díky odlišnému spinu. Obdobný princip se uplatňuje i u kovalentní vazby v pevných látkách, kde stačí uvažovat výměnné interakce s atomy z nejbližšího okolí (nearest neighbours, případně next-nearest neighbours), protože výměnná interakce rychle slábne se vzdáleností. S touto interakcí souvisí i energie, kterou lze pro dvojici atomů se spiny \vec{S}_i a \vec{S}_j zapsat jako

$$E_{\text{ex}} = -2J_{\text{ex}}\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \quad (1.1)$$

kde výměnný integrál J_{ex} může nabývat kladných i záporných hodnot. Podle jeho znaménka je pak energeticky výhodnější antiparalelní nebo paralelní uspořádání spinů u sousedních atomů. Obvykle je záporné, energeticky je pak výhodnější antiparalelní uspořádání (v oblastech zahrnujících více atomů se takové magnetické momenty odčítají, tyto látky se označují jako antiferomagnetika). Naopak u feromagnetik je J_{ex} kladný a energeticky výhodnější je paralelní uspořádání spinů a tedy i magnetických momentů. V takových materiálech se pak vytvářejí domény – oblasti, v nichž jsou magnetické momenty jejich stavebních prvků uspořádány tak, že i bez vnějšího pole

mají tyto mikroskopické oblasti nenulovou magnetizaci, magnetické momenty atomů v doméně jsou souhlasně rovnoběžné. Domény jsou však orientovány různě, proto bez přítomnosti vnějšího pole je magnetický moment feromagnetika makroskopicky opět nulový, po vložení do vnějšího pole je ovšem výrazně zesilují v důsledku růstu či otáčení magnetizace domén do směru pole. Ferimagnetické látky si zachovávají makroskopickou magnetizaci i bez přítomnosti pole, jejich domény jsou však uspořádány na antiferomagnetickém principu – v závislosti na své poloze v krystalové mřížce jsou momenty jejich iontů orientovány v jednom či druhém směru, ale nejsou stejně velké. Ne zcela se tak odečtou, výsledkem jsou domény, které utvářejí nenulovou výslednou magnetizaci.



Obrázek 1.1: *Bethe-Slaterova křivka pro atomy s neuzavřenou podslupkou 3d. Pokud se tyto orbitály mezi sousedními atomy významně překrývají, je výměnný integrál záporný a spiny sousedních atomů se orientují antiparalelně – antiferomagnetismus*

Snadná osa magnetizace V krystalech v závislosti na jejich struktuře existují osy, v nichž je magnetizace nejsnazší (snadná osa či osy), a naopak osy, v nichž je velmi obtížná. Je to důsledek spin-orbitální interakce (spin-orbit coupling). Orbitální momenty elektronů vázaných k atomům v krystalové mřížce jsou dány její strukturou a ani v silném vnějším poli se nemění. Magnetizace materiálu je možná díky reorientaci spinových momentů, které ale s orbitálními momenty interagují. Tato interakce je poměrně slabá, ale i tak je pro její překonání potřeba určité energie. Proto je orientace

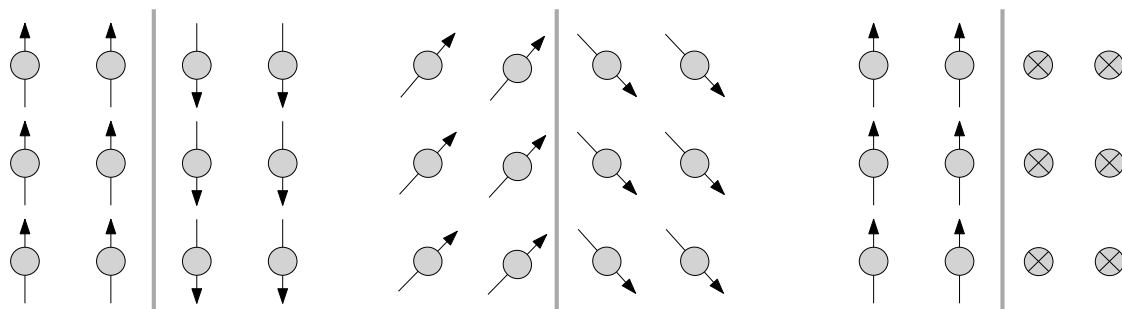
spinu do určitého směru (vůči mřížce) energeticky výhodnější než do jiného směru. Energii s tím spojenou označujeme jako anizotropní energii. Spontánní magnetizace domén leží vždycky ve směru snadných os. Např. pro kubickou strukturu BCC železa jsou snadné osy $\langle 100 \rangle$ a ekvivalentní a obtížné osy $\langle 111 \rangle$ a ekvivalentní, pro FCC nikl či železo je to naopak, kobalt s hexagonální mřížkou HCP má jen jednu snadnou osu $[0001]$ a všechny osy kolmé na tento směr jsou stejně obtížné.

Celková magnetická energie feromagnetika zahrnuje ovšem i další složky, kromě výměnné interakce se zde uplatňuje i anizotropní energie daná stavbou krystalu, magnetoelastické a magnetostatické síly. Uspořádání magnetických domén je charakteristické pro daný materiál a je tedy přímým odrazem magnetických vlastností, kterými se zkoumaný prvek či sloučenina vyznačuje.

1.2 Magnetické domény

1.2.1 Doménové stěny

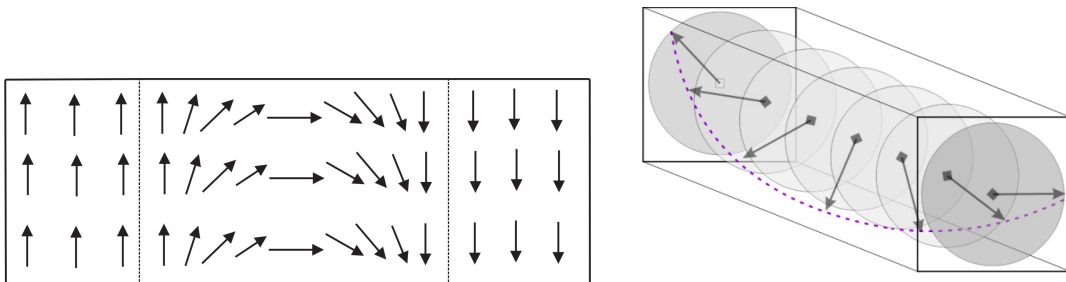
Jak již bylo řečeno v předchozí části, u feromagnetických látek je energeticky výhodné paralelní uspořádání spinů a tedy i magnetických momentů atomů, vytvářejí se zde domény – mikroskopické oblasti nenulovou magnetizací, orientovanou podél snadných os. Jednotlivé domény jsou odděleny doménovými stěnami, což jsou oblasti mezi



Obrázek 1.2: Doménové stěny, kde dochází ke skokové změně orientace (středních hodnot) atomových spinů – vlevo stěna 180° , uprostřed a vpravo dva typy 90° stěn

dvěma doménami, ve kterých se spojitě mění směr magnetizace. Uvnitř stěny magnetizace musí měnit směr od jedné snadné krystalografické osy k druhé. Nejprve si představíme, že k této změně dochází skokově od jednoho atomu k dalšímu, jako na obrázku 1.2. Doménová stěna, na které se magnetizace otáčí o 180° , případně 90° , je kolmá

na nákresu. Protože ale ve feromagnetiku je výměnný integrál $J_{\text{ex}} > 0$, je výměnná energie mezi atomy na hranici domén podle vztahu (1.1) velká. Z tohoto důvodu by doménové stěny, jaké jsou na obrázku 1.2, měly velkou výměnnou energii, v případě 180° stěny jsou spiny přiléhající ke stěně dokonce antiparalelní, což je energeticky nejméně výhodný stav. Výměnnou energii na doménové stěně lze snížit, jestli směr spinu stočíme o 180° postupně, jako je naznačeno na obrázku číslo 1.3. Spiny ve stěně na obr. 1.3 jsou pak ale orientovány mimo snadné osy, hustota anizotropní energie uvnitř stěny je tedy vyšší než u sousedících domén. Zatímco výměnná energie klesá, když šířka stěny roste a sousední spiny svírají minimální úhly, anizotropní energie s šířkou stěny roste, protože mnoho spinů je orientováno mimo směr snadných os. Ve výsledku je energeticky nejvýhodnější stěna určité konečné tloušťky. První, kdo se zabýval teoretickým výzkumem doménových stěn a domén byl F. Bloch. Pro výpočet energie a struktury



Obrázek 1.3: Znárodnění Neelovy (vlevo) a Blochovy (vpravo) doménové stěny, kde se plynule mění vektor magnetizace při přechodu z jedné domény do druhé. U Neelovy stěny se magnetizace stáčí napříč, u Blochovy paralelně se stěnou

doménové stěny předpokládejme poměrně tlustou stěnu tak, abychom místo jednotlivých interakcí mohli použít model kontinua [1, 2]. Zejména nahrazujeme výměnnou energii pro dvojici atomů stejné velikosti spinu S spojitou funkcí

$$E_{\text{ex}} = -J_{\text{ex}} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j = J_{\text{ex}} S^2 \cos \varphi_{ij} \quad \longrightarrow \quad -2A \cos \left(\frac{d\varphi}{dx} \right),$$

kde výměnná konstanta

$$A = \frac{n J_{\text{ex}} S^2}{a},$$

n je počet atomů v elementární buňce, a mřížkový parametr φ úhel natočení spinu. Po rozvinutí v řadu a vynechání prvního členu, který je konstantní, můžeme tuto energii předefinovat jako

$$E_{\text{ex}} = A \left(\frac{d\varphi}{dx} \right)^2.$$

Anizotropní energie je funkcí úhlu, jaký svírá spin se snadnou osou:

$$E_{\text{an}} = g(\varphi),$$

např. pro kubickou anizotropii s magnetizací uzavřenou na rovině $\{100\}$ je $g(\varphi) \propto \sin^2\varphi \cos^2\varphi$. Povrchová energie doménové stěny je daná součtem výměnné a anizotropní energie, integrováno přes tloušťku stěny:

$$\sigma = \int_{-\infty}^{\infty} \left[A \left(\frac{d\varphi}{dx} \right)^2 + g(\varphi) \right] dx \quad (1.2)$$

Silový moment stáčeující spin v důsledku výměnné interakce

$$\tau_{\text{ex}} = \frac{\partial E_{\text{ex}}}{\partial \varphi} = A \frac{\partial (\partial \varphi / \partial x)^2}{\partial \varphi} = 2A \frac{\partial \varphi}{\partial x} \frac{\partial (\partial \varphi / \partial x)}{\partial \varphi} = 2A \frac{\partial \varphi}{\partial x} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} \frac{\partial x}{\partial \varphi} = 2A \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2}.$$

Pokud je úhel mezi sousedními spiny všude napříč stěnou stálý, je $\frac{d\varphi}{dx}$ konstantní a silový moment na každý jednotlivý atom nulový (výměnné silové působení od obou sousedů libovolného atomu se vyruší). Nenulový moment v důsledku výměnné interakce bude pouze pro $\frac{d^2\varphi}{dx^2} \neq 0$. Silový moment stáčeující spin v důsledku anizotropní energie

$$\tau_{\text{an}} = \frac{\partial E_k}{\partial \varphi} = \frac{\partial g(\varphi)}{\partial \varphi}$$

V rovnováze se tyto momenty musí vzájemně vyrušit

$$\frac{\partial g(\varphi)}{\partial \varphi} + 2A \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} = 0.$$

Obě části vynásobíme $\frac{\partial \varphi}{\partial x}$ a zintegrujeme přes x , dostaneme pro první část

$$\int \frac{\partial \varphi}{\partial x} \frac{\partial g(\varphi)}{\partial \varphi} dx = \int \partial g(\varphi) = g(\varphi)$$

a pro druhou

$$\int \frac{\partial \varphi}{\partial x} 2A \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} dx = 2A \int \frac{\partial \varphi}{\partial x} \frac{1}{2} \frac{\partial (\partial \varphi / \partial x)}{\partial \varphi} dx = A \left(\frac{d\varphi}{dx} \right)^2,$$

odkud

$$A \left(\frac{d\varphi}{dx} \right)^2 = g(\varphi).$$

Porovnáním s rovnicí (1.2) vidíme, že výměnná a anizotropní energie jsou si všude v doménové stěně rovny. To znamená, že tam, kde je anizotropní energie nejvyšší, což

je místo, kde má magnetizace obtížný směr, je rychlost změny jejího směru $\frac{d\varphi}{dx}$ největší. Pro šířku stěny odtud dostaneme

$$\begin{aligned}\frac{d\varphi}{dx} &= \frac{\sqrt{g(\varphi)}}{\sqrt{A}}, \\ dx &= \sqrt{A} \frac{d\varphi}{\sqrt{g(\varphi)}}, \\ x &= \sqrt{A} \int \frac{d\varphi}{\sqrt{g(\varphi)}}.\end{aligned}$$

Nejjednodušší případ je 180° doménová stěna v materiálu s jednoosou anizotropií, kde se lokální magnetizace otáčí od 0 do π , konstantu jednoosé anizotropie označíme K_u a $g(\varphi) = K_u \sin^2 \varphi$, pak pro závislost mezi polohou a úhlem natočení dostaneme

$$x = \sqrt{\frac{A}{K_u}} \int \frac{d\varphi}{\sin(\varphi)} = \sqrt{\frac{A}{K_u}} \ln \left(\tan \frac{\varphi}{2} \right).$$

Formálně tak nabývá úhel φ žádoucích hodnot 0 a π až v nekonečnu. Efektivní tloušťku stěny definujeme jako tloušťku, jakou by měla při konstantním nárůstu úhlu rychlostí rovnou hodnotě uprostřed stěny. Pro jednoosou anizotropii je to $\frac{d\varphi}{dx} = \sqrt{\frac{A}{K_u}}$. Takže efektivní tloušťka stěny je:

$$\delta = \pi \sqrt{\frac{A}{K_u}}.$$

Vzhledem k tomu, že výměnná a anizotropní energie se budou rovnat, rovnici (1.2) můžeme přepsat jako

$$\sigma = \int_{-\infty}^{+\infty} 2g(\varphi) dx,$$

odkud

$$\sigma^{180} = 2\sqrt{A} \int_0^\pi \frac{g(\varphi)}{\sqrt{g(\varphi)}} d\varphi = 2\sqrt{A} \int_0^\pi \sqrt{g(\varphi)} d\varphi.$$

Pro jednoosou anizotropii

$$\sigma_{\text{uni}}^{180} = 2\sqrt{AK_u} \int_0^\pi \sin \varphi d\varphi = 4\sqrt{AK_u}.$$

Pro 180° doménovou stěnu v kubickém materiálu je v polovině tloušťky magnetizace orientována opět do snadné osy – nejjednodušší pak je vypočítat energii a tloušťku pro 90° doménovou stěnu a následně výsledek zdvojnásobit.

$$\sigma_{\text{cubic}}^{90} = 2\sqrt{AK_1} \int_0^{\pi/2} \frac{1}{2} \sin 2\varphi d\varphi = 2\sqrt{AK_1}$$

Pro numerický výpočet energie a tloušťky doménových stěn musíme vědět hodnotu výměnné konstanty A a anizotropní konstanty K . Hodnoty K jsou dobře známy, ale $A = \frac{nJ_{\text{ex}}S^2}{a}$ představuje určitý problém. Hodnota A přímo úměrná výměnné konstantě J_{ex} nemůže být přímo změřená. Obvykle se tato hodnota odhaduje z Curieovy teploty jako $J_{\text{ex}} \approx 0,3 k T_C$, případně na základě změny saturační magnetizace při nízkých teplotách [3]. Např. pro železo, kde $J_{\text{ex}} \approx 4 \cdot 10^{-21} \text{ J}$, bude

$$A = \frac{nJ_{\text{ex}}S^2}{a} \approx 7 \cdot 10^{-12} \text{ J m}^{-1}.$$

Energie doménové stěny

$$\sigma_{\text{cubic}}^{180} = 4\sqrt{AK_1} \approx 2 \cdot 10^{-3} \text{ J m}^{-2}.$$

Tloušťka 90° doménové stěny:

$$\delta_{\text{cubic}}^{90} \approx \pi \sqrt{\frac{A}{K_1}} = 40 \text{ nm}.$$

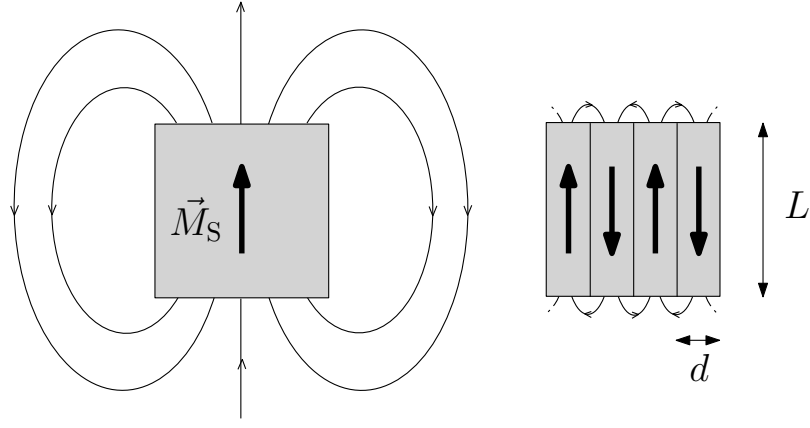
1.2.2 Šířka magnetických domén

Z hlediska výměnné a anizotropní energie by bylo nejvýhodnější, kdyby se monokrystalická látka celá spontánně magnetovala do směru odpovídajícího některé snadné ose. Feromagnetická látka by tak byla tvořena jedinou doménou. Přesto se v těchto látkách utvářejí domény mikroskopických rozměrů. Zásadní vliv zde má magnetostatická energie.

Každá oblast s nenulovým magnetickým momentem vytváří ve svém okolí magnetické pole, které charakterizují vektory magnetické intenzity \vec{H} a indukce \vec{B} . S ním je spojena magnetostatická energie

$$E_{\text{ms}} = \frac{1}{2} \int \vec{H} \cdot \vec{B} dV,$$

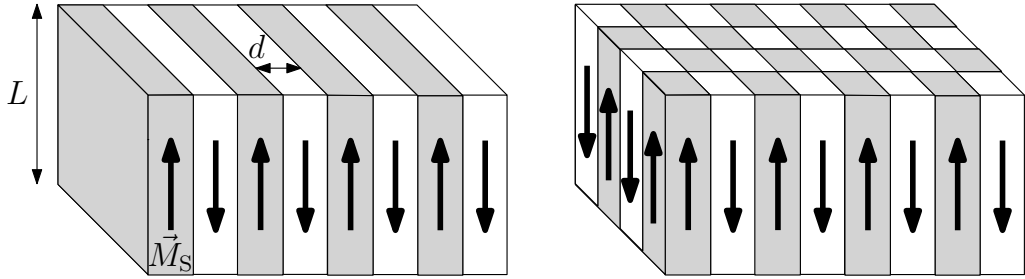
kde integrujeme přes celý prostor. Jak naznačuje obrázek 1.4, tato energie je velká pro jednu objemnou doménu, jejím rozdělením do více oblastí s opačnou magnetizací ji lze významně snížit. Předpokládejme feromagnetický krystal s výškou L , který má snadnou osu kolmou k podstavě. Jestli je celý tvořený jenom jednou doménou, viz obrázek 1.4 vlevo, vytváří v širokém okolí svých pólů rozptylové pole, s nímž je spojena velká magnetostatická energie. Rozdělením na několik opačně orientovaných domén jako na



Obrázek 1.4: Rozptylové magnetostatické pole pro jednu a více domén

obrázku 1.4 vpravo se magnetické siločáry rychle uzavírají a magnetostatická energie je nižší.

Magnetostatická energie je zpravidla přímo úměrná šířce d domén, bez ohledu na geometrii doménové struktury, která se projeví jen změnou multiplikativní konstanty. Tudíž magnetostatická energie se sníží se snížením šířky domén, k celkové energii pak ale přibývá energie doménových stěn. Rovnovážná šířka domén pak odpovídá minimu celkové energie.



Obrázek 1.5: Doménová struktura tvořená deskami a hranoly (šachovnicová struktura)

Uvažujme krystal tloušťky L s pravidelnými doménami s paralelní spontánní magnetizací M_s jako na obrázku 1.5 vlevo. Každá doména představuje mikromagnet, z obou jeho pólů vystupuje rozptylové pole $\frac{-M_s}{\mu_0}$. Magnetostatická energie na jednotku plochy povrchu pólu osamocené domény je rovna

$$\varepsilon_m = \frac{M_s^2}{2\mu_0} L. \quad (1.3)$$

Výpočet pro soustavu domén je poměrně složitý a výsledek závisí na materiálu i geo-

metrii, ale obecně pro $L \gg d$ hustota energie na jednotku plochy povrchu s póly

$$\varepsilon_m \propto M_s^2 d,$$

kde d je šířka domén. Konkrétně pro strukturu na obrázku 1.5 vlevo vychází analýzou pomocí magnetického potenciálu podle [3] na jednotku plochy desky

$$\varepsilon_m = \frac{4 M_s^2 d}{\pi^3 \mu_0} \sum_0^\infty \frac{1}{(2k+1)^3} \doteq 1,08 \cdot 10^5 M_s^2 d \quad (1.4)$$

a pro šachovnicové uspořádání jako na obrázku 1.5 vpravo

$$\varepsilon_m \doteq 6,72 \cdot 10^4 M_s^2 d.$$

Věnujme se dále prvnímu případu. Na stejnou plochu připadá energie doménových stěn

$$\varepsilon_w = \frac{\sigma L}{d},$$

kde σ je plošná energie doménové stěny. Celková energie je dána součtem magnetostatické energie a energií doménových stěn. V minimu musí být její první derivace rovna nule.

$$\begin{aligned} \varepsilon = \varepsilon_m + \varepsilon_w &= 1,08 \cdot 10^5 M_s^2 d + \frac{\sigma L}{d}, \\ \frac{\partial \varepsilon}{\partial d} &= 1,08 \cdot 10^5 M_s^2 - \frac{\sigma L}{d^2}, \end{aligned}$$

odkud dostaneme

$$d = 3,04 \cdot 10^{-3} \frac{\sqrt{\sigma L}}{M_s}.$$

Např. pro klasické železo je $M_s = 2,15 \text{ T}$ a při např. $L = 0,01 \text{ m}$ bude

$$d \approx 5,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}.$$

Celková energie doménové struktury bude

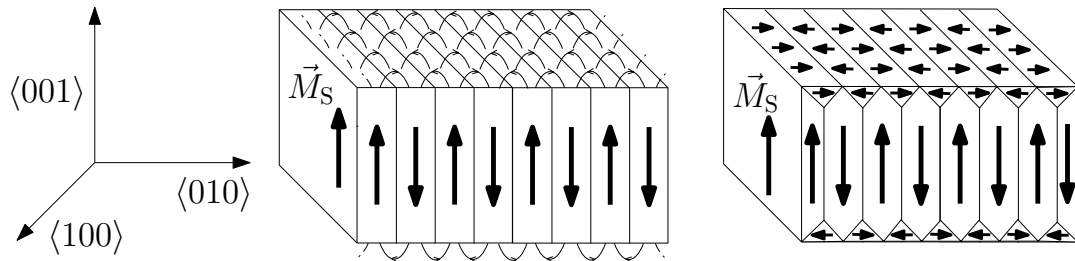
$$\varepsilon = 6,56 \cdot 10^2 M_s \sqrt{\sigma L} \approx 5,63 \text{ J m}^{-2}.$$

Magnetostatická plošná hustota energie pro případ jedné domény, spočtená podle vzorce (1.3), je

$$\varepsilon_m = \frac{M_s^2}{2\mu_0} L = \frac{2,15^2 \cdot 10^{-2}}{2 \cdot 4\pi \cdot 10^{-7}} = 1,8 \cdot 10^4 \text{ J m}^{-2}.$$

Při rozdělení na domény optimální šířky je plošná hustota energie více než tři řády nižší.

Uzavírající domény (closure domains) U materiálů s více snadnými osami, jako například u krystalů s kubickou mřížkou, je možné a energeticky výhodné, aby se vytvořila doménová struktura, kde jsou magnetické siločáry v materiálu uzavřené, jejich magnetostatická energie tak dále výrazně klesá – viz obrázek 1.6. Nevýhodou je, že

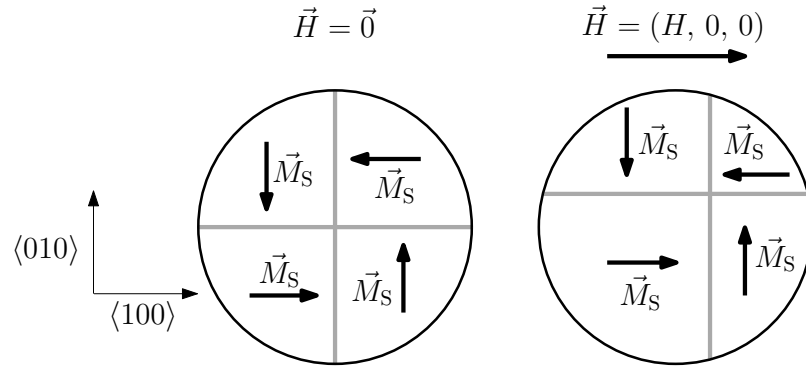


Obrázek 1.6: Má-li vzorek jen jednu snadnou osu (na obrázku vlevo $\pm\langle 001 \rangle$) magnetické siločáry se uzavírají mimo vzorek. Při více snadných osách (na obrázku vpravo) mohou uzavírající domény (closure domains) prakticky zabránit průniku rozptylového pole mimo vzorek (náčrtek nezohledňuje vliv magnetoelastických sil)

zde roste další typ energie, který ale nebudeme podrobněji diskutovat, energie magnetoelastická. Domény, které toto zajišťují, označujeme jako uzavírající domény (closure domains). Je zřejmé, že uzavírající domény jsou z principu zmagnetované víceméně rovnoběžně k povrchu. Pokud se takové domény magnetují i mimo snadné osy, roste jejich anizotropní energie. Vzhledem k vnitřní nerovnováze mezi základními a uzavíracími doménami, doménové stěny oddělující tyto dva typy domén nemohou existovat v lokální rovnováze, což bylo dokázáno Privorotským [4].

1.2.3 Změna doménové struktury v magnetickém poli

Vložíme-li feromagnetický materiál do vnějšího magnetického pole, změní se energie jednotlivých domén a původní rovnovážný stav, daný minimem celkové energie bez přítomnosti pole, se naruší. Pro jednotlivou doménu je nejvýhodnější, bude-li zmagnetována ve směru pole. Pro slabší pole ale není nejvýhodnější, aby se všechny domény orientovaly paralelně – ze stejných důvodů, které byly diskutovány výše. Ve slabém, postupně zesilujícím vnějším poli, dochází nejprve k posunu doménových stěn tak, že se zvětšují domény s energeticky výhodnější orientací a zmenšují domény s orientací nevýhodnější. Protože energie dipólového momentu \vec{m} v poli o magnetické intenzitě \vec{H}

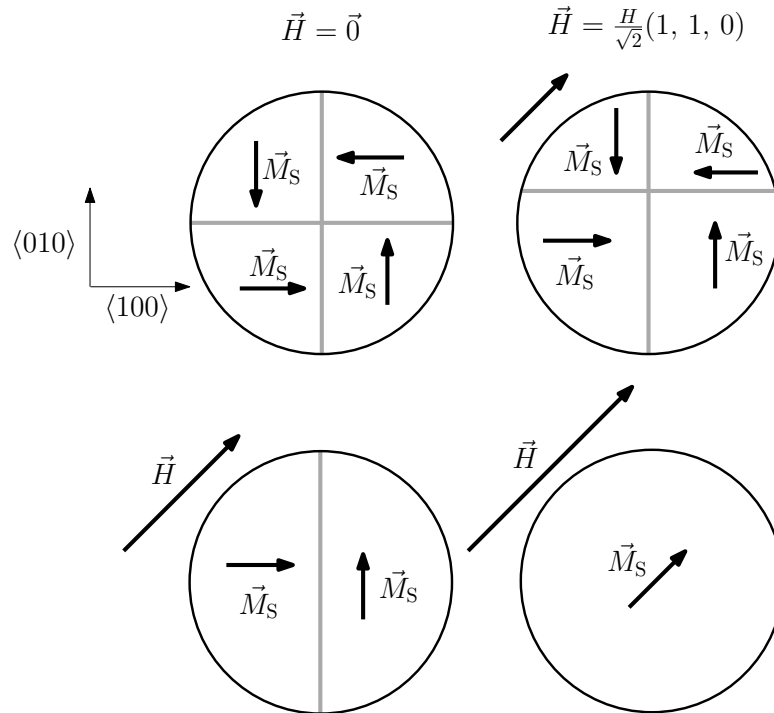


Obrázek 1.7: Domény ve vnějším poli – pro pole ve směru některé ze snadných os dochází k magnetizaci posunem doménových stěn.

je $E = -\mu_0 \vec{m} \cdot \vec{H}$, je objemová hustota potenciální energie v doméně s magnetizací \vec{M}

$$E = -\mu_0 \vec{M} \cdot \vec{H} \propto \cos \theta,$$

kde θ je úhel mezi oběma vektory. Uvažme spontánně zmagnetovaný materiál s BCC



Obrázek 1.8: Domény ve vnějším poli – pro pole ve směru odlišném od snadných os dochází k magnetizaci nejprve posunem doménových stěn, pak přeorientováním magnetizace ve směru pole

krystalovou mřížkou, se snadnými osami magnetizace $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ a $\langle 001 \rangle$. Sledujme domény v rovině xy po přiložení pole ve směru $\langle 100 \rangle$. S rostoucí intenzitou \vec{H} se bude doména orientovaná ve směru $\langle 100 \rangle$ zvětšovat, ve směru $\langle \bar{1}00 \rangle$ zmenšovat, domény ve směru $\langle 010 \rangle$ a $\langle 0\bar{1}0 \rangle$ posouvat a zmenšovat (pomaleji než $\langle \bar{1}00 \rangle$). Postupně, při velkém poli, zůstane pouze magnetizace ve směru $\langle \bar{1}00 \rangle$, ostatní vymizí, nastává saturace. Přiložíme-li na tentýž spontánně zmagnetovaný vzorek pole ve směru $\langle 110 \rangle$, jsou energeticky výhodnější (i když ne minimální možné) magnetizace ve směru $\langle 100 \rangle$ a $\langle 010 \rangle$, tyto domény budou narůstat, domény $\langle \bar{1}00 \rangle$ a $\langle 0\bar{1}0 \rangle$ jsou energeticky nevýhodnější a budou se zmenšovat. Od jisté hodnoty vnějšího pole bude výhodnější, když se magnetizace v doménách stočí mimo snadnou osu, paralelně k poli, a to i přes nárůst anizotropní energie, který je s tím spojen. V tomto případě je k saturaci třeba silnější vnější pole.

Kapitola 2

Princip měření AFM-MFM

2.1 Historie a základní princip AFM-MFM

Mikroskopie skenující sondou (**Scanning Probe Microscopy** — SPM) představuje soubor technik, který umožňuje zobrazit povrch látky s atomárním rozlišením pomocí mechanické sondy. Při pohybu sondy, tzv. skenování, při kterém je postupně snímána informace z každého řádku, dochází k postupnému sestavení výsledného topografického snímku.

SPM může využívat různých fyzikálních principů snímání signálu. Na počátku (1981) byl touto metodou snímán signál pomocí kvantově mechanického tunelového jevu (**Scanning Tunneling Microscopy** — STM). U zrodu STM stáli Gerd Binnig a Heinrich Rohrer z laboratoří IBM v Curychu. Přístroje STM byly první, které vytvářely obraz povrchu s rozlišením na atomární úrovni. STM je jedna z mála metod, která je schopna poskytnout tak vysoké rozlišení při měření.

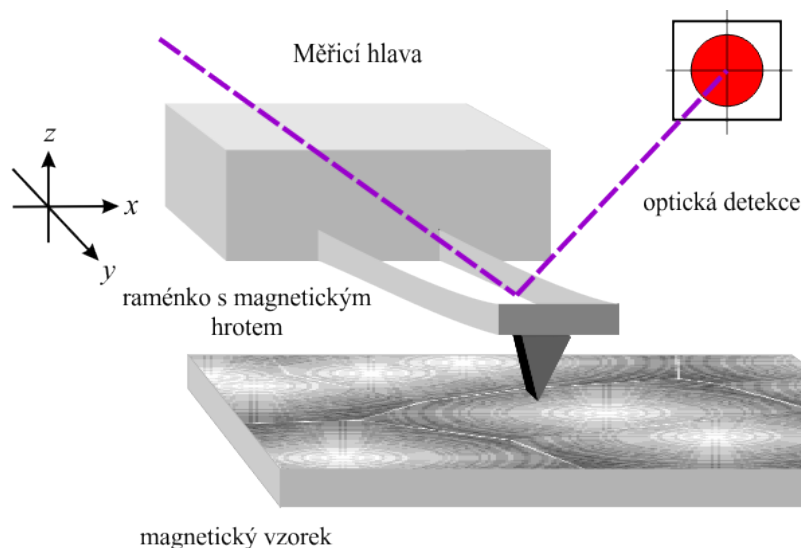
Mikroskop je sestaven z mechanické části, která zajišťuje mechanickou stabilitu a polohování ve třech směrech, ze sondy s hrotem a z elektronické části, která zajišťuje napájení, součinnost všech částí mikroskopu, zpětnou vazbu, ovládání a sběr naměřených dat [5, 6].

V roce 1986 Binnig, Quate a Gerber představili světu nový mikroskop, který byl nazván mikroskopem atomárních sil (**Atomic Force Microscopy** — AFM). Mikroskop patří do kategorie SPM a je schopen zobrazovat povrchové struktury v atomárním rozlišení na principu atomárních sil. Na rozdíl od STM lze takto studovat i nevodivé vzorky. Atomární síly, kterými působí povrch vzorku na sondu, vedou ke změně v ohnutí

raménka (případně ovlivňují amplitudu a fázi jeho nucených kmitů). Výchylka sondy je pak opticky převáděna k dalšímu zpracování v počítači, kde se tyto změny analyzují, a tak můžeme získat topografii vzorku [7].

V roce 1987 přicházejí Martin a Wickramasinghe s myšlenkou studia magnetických materiálů pomocí upravené sondy, která by byla schopna zachytit magnetické síly dalekého dosahu. Jednoduchou úpravou sondy, kterou vyrobili z feromagnetického materiálu a na jednom konci zaostřili (rádius okolo 50 nm) byli schopni dosáhnout rozlišení v řádu stovek nanometrů. Tato úspěšná realizace magnetického mapování povrchu proběhla na magnetické nahrávací hlavě, přičemž k detekci byla použita interferometrická metoda [8]. Ve stejném roce využívají Sáenz a kol. podobného principu odvozeného od techniky AFM ke studiu magnetických interakcí v submikronovém měřítku [9].

S jistou mírou nadsázky je možné říci, že MFM je AFM s magnetickým pokryvem sondy (přesněji řečeno měřicího hrotu). Při prvním průchodu sondy těsně nad vzorkem se analyzuje topografie, při druhém, ve vhodné konstantní výšce nad povrchem vzorku, se snímá rozptylové magnetické pole vzorku působící na hrot. Princip snímání signálu při AFM-MFM je na obrázku 2.1.



Obrázek 2.1: *Obecné schéma AFM-MFM mikroskopu. Detekce ohybu raménka se provádí pomocí odrazu laserového svazku od raménka, svazek se odráží na fotodetektor. Ten se skládá ze čtyř polí polovodičových fotodiod, vyhodnocuje se rozdíl jejich signálů [10].*
Obrázek převzat z [11]

2.2 Měřicí hroty

Zásadní vliv na kvalitu AFM měření mají použité hroty. Na rozdíl od skenovacího tunelového mikroskopu (STM) s hrotem taženým z tenkého drátu, kdy tunelový proud závisí v zásadě na nejmenší vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem, u AFM jsou tvar a vlastnosti hrotu pro kvalitu obrazu velice důležité a mohou výrazně zkreslit výsledný obraz.. Martin a Wickramasinghe ve svém měření používali hroty vyrobené pomocí elektrochemického leptání kobaltu nebo niklu [13]. Mnoho úsilí bylo věnováno optimalizaci magnetických hrotů pro zlepšení kvality informace získané z MFM dat. Dnešní sondy se vyrábějí z keramického materiálu a pro speciální účely mohou být hroty opatřeny povlakem (např. magnetickým nebo vodivým) [14].

Při MFM měření je pro zesílení signálu potřeba zesílit magnetický moment hrotu. Z tohoto důvodu jsou ideální hroty zmagnetované tak, že tvoří jednu velkou doménu, je pak i snadnější popis jejich interakce se vzorkem, protože je lze dobře aproximovat jedním magnetickým dipólem. Pro dosílení velkého magnetického momentu při malém objemu jsou vhodné materiály s vysokou hodnotou saturační magnetizace. Dobře definovaný magnetický stav hrotu musí být stabilní v průběhu měření, na druhou stranu je nežádoucí, aby pole hrotu měnilo magnetickou strukturu zkoumaného vzorku [15].

Hroty pro AFM se vyrábějí obvykle z křemíku nebo nitridu křemíku. Technologie výroby pro tyto dva materiály jsou různé a liší se pak i konečný tvar hrotů. Existuje několik základních typů tvaru hrotů. Kuželovité tvary hrotů se vyrábějí pomocí leptání křemíku, raménko se vytvoří následným ohnutím do požadovaného úhlu. Takové hroty obvykle mají velkou délku a jsou velmi užitečné pro měření materiálu s výraznou strukturou, jsou ale docela křehké, na rozdíl od pyramidálních hrotů. Hroty z nitridu křemíku se vytváří pomocí napařování vrstvy nitridu křemíku do speciálně vyleptané jamky na krystalu a mají tvar pyramidy. Tyto hroty mají velkou tloušťku a malou délku. Následně na ně lze napařit feromagnetickou vrstvu jako například CoCr, CoCrPt, NiFe [16], [17], [18]. V současné době se objevila levnější metoda pro výrobu hrotů, která se nazývá magnetospinning. Základ metody spočívá v tom, že upevněný rotující magnet prochází vedle feromagnetické kapaliny a přitahuje ji k sobě. Vzniká „most“ mezi magnetem a kapalinou, který potom ztuhne a vytvoří nanovláknko [19]. Realizují se také hroty z uhlíkových nanotrubiček s magnetickou vrstvou CoFe, které jsou výhodné pro měření magneticky měkkých materiálů [20]. Nelze říci, že některý hrot je optimální

univerzálně pro všechny vzorky. Hroty z magneticky tvrdých materiálů si zachovávají svou magnetizaci při interakci se vzorkem a do jisté míry i při měřeních ve vnějším poli, ale magneticky měkké vzorky mohou příliš silně ovlivňovat. Naopak hroty magneticky měkké jsou vůči vzorku šetrnější, ale jejich magnetizace se může interakcí se vzorkem měnit a při měřeních v proměnném vnějším poli mohou být ovlivněny natolik, že to znemožní kontinuální měření.

2.3 Síly působící mezi hrotem a povrchem

2.3.1 Meziatomární působení

AFM využívá přitažlivých a odpudivých sil meziatomárního a mezimolekulárního působení. Jsou to interakce mezi neutrálními atomy a molekulami. V případě kontaktního režimu se mohou uplatnit i kapilární jevy v důsledku zkondenzované vzdušné vlhkosti, vliv statického náboje a další.

Uvážíme-li interakce přitažlivé povahy, uplatňují se zde zejména tři základní mechanismy vzájemného působení, které souhrnně označujeme jako Van der Waalsovy síly: Coulombovské dipól-dipólové síly, indukční síly a disperzní (Londonovy) interakce. Potenciály všech těchto interakcí se se vzdáleností r mezi molekulami mění stejným způsobem $\sim r^{-6}$. Jejich výsledný potenciál W lze zapsat jako

$$W_{\text{VdW}} = W_{\text{orient}} + W_{\text{ind}} + W_{\text{disp}} \sim -\frac{1}{r^6}, \quad (2.1)$$

kde W_{orient} je potenciál orientační dipól-dipólové interakce, W_{ind} indukční interakce a W_{disp} Londonovy interakce.

Orientační interakce I celkově neutrální molekula může mít nenulový dipólový moment \vec{p} , pokud střední polohy kladných a záporných nábojů v molekule nesplývají. Toto je typické pro iontovou a polární vazbu. Pro jednoduchý případ bodových nábojů $\pm q$ ve vzdálenosti d je $\vec{p} = q\vec{d}$, kde vektor \vec{d} je orientován od záporného ke kladnému náboji. Kolem takového dipólu vzniká elektrostatické pole, jehož intenzitu v bodě \vec{r} (vztaženo ke středu dipólu) lze vyjádřit jako [21]:

$$\vec{E}(\vec{r}) = \frac{3(\vec{p} \cdot \vec{r})\vec{r} - \vec{p}}{4\pi\epsilon_0 r^3}, \quad (2.2)$$

kde $\vec{r}^\circ = \vec{r}/r$ je jednotkový vektor ve směru vektoru \vec{r} . Elektrostatické pole působí na dipól silovým momentem, který se jej snaží orientovat ve směru pole. S tím související energii dipólu v elektrostatickém poli lze definovat jako $W_D = -\vec{p} \cdot \vec{E}$. Bude-li dipól \vec{p}_1 budit toto pole a do bodu \vec{r} umístíme dipól \vec{p}_2 , lze v souladu s (2.2) vyjádřit energii interakce dvou dipólů, která závisí na jejich vzájemné orientaci a je rovna

$$W_D = \frac{\vec{p}_1 \cdot \vec{p}_2 - 3(\vec{p}_1 \cdot \vec{r}^\circ)(\vec{p}_2 \cdot \vec{r}^\circ)}{4\pi\epsilon_0 r^3} \sim \frac{1}{r^3} \quad (2.3)$$

Energie W_D bude minimální při souhlasně rovnoběžné orientaci dipólů podél společné přímky. Toto uspořádání narušuje tepelný pohyb molekul. V přiblížení volných molekul je pravděpodobnost určité orientace je úměrná Boltzmannově členu $e^{-\frac{W_D}{k_B T}}$. Pro nalezení efektivního orientačního potenciálu W_{orient} je nutné provést statistické zprůměrování interakce pro různé možnosti orientaci molekul.

$$W_{\text{orient}} = \frac{\int W_D \exp(-\frac{W_D}{k_B T}) d\Omega}{\int \exp(-\frac{W_D}{k_B T}) d\Omega} \quad (2.4)$$

Kde ve jmenovateli je normovací člen a Ω je parametr integrace přes všechny možné vzájemné orientace molekul [22]. Pro $W_D \ll k_B T$ lze Boltzmannův člen lze rozložit do řady, z níž uvažíme jen první dva členy

$$e^{-\frac{W_D}{k_B T}} \doteq 1 - \frac{W_D}{k_B T},$$

a efektivní energii orientační interakce vyjádřit jako [23]

$$W_{\text{orient}} \sim \frac{\int W_D d\Omega - \frac{1}{k_B T} \int W_D^2 d\Omega}{\int d\Omega - \frac{1}{k_B T} \int W_D d\Omega}.$$

Vzhledem k tomu, že $\int W_D d\Omega = 0$, bude orientační interakce úměrná střední hodnotě kvadrátu W_D , tj. $\sim r^{-6}$. Ve výsledku bude orientační interakce (v přiblížení volných molekul)

$$W_{\text{orient}} = -\frac{p_1^2 p_2^2}{3(4\pi\epsilon_0)^2 k_B T r^6} \sim -\frac{1}{r^6}.$$

Indukční interakce Indukční interakce vznikají mezi polárními a nepolárními molekulami. Elektrické pole \vec{E} , které je tvořeno permanentním dipólem polární molekuly \vec{p}_1 , polarizuje druhou molekulu [24], [22].

$$\vec{p}_{2\text{ind}} = \alpha \vec{E}, \quad (2.5)$$

kde kladná konstanta úměrnosti α je tzv. polarizovatelnost druhé molekuly. Potenciál indukční interakce pak bude

$$W_I = -\vec{p}_{\text{ind}} \cdot \vec{E} = -\alpha E^2 = -\alpha \frac{3(\vec{p}_1 \cdot \vec{r}^{\circ})^2 + p_1^2}{(4\pi\epsilon_0)^2 r^6}. \quad (2.6)$$

Po vystředování přes náhodné orientace budícího dipólu první sčítanec v čitateli vypadne a zůstane efektivní indukční potenciál

$$W_{\text{ind}} = -\frac{\alpha p_1^2}{(4\pi\epsilon_0)^2 r^6} \sim -\frac{1}{r^6}, \quad (2.7)$$

Disperzní interakce Disperzní interakce (třetí sčítanec ve vyjádření (2.1), také bývá označována jako Londonova interakce) se účastní i nepolární molekuly, proto je obvykle dominantní, s výjimkou malých polárních molekul, jako je voda. Modelová představa disperzních interakcí je založená na fluktuacích v rozložení elektronové hustoty, díky nimž u nepolárních molekul vznikají nenulové okamžité dipólové momenty. Tyto momenty mohou polarizovat rozložení elektronové hustoty sousedních molekul, což způsobuje interakce s vzniklými okamžitými deformacemi nábojového rozložení [25]. Přesné odvození spadá do oblasti kvantové elektrodynamiky. Disperzní interakce nejsou jednoduše aditivní, protože všechny atomy v okolí se navzájem ovlivňují. Londonovo odvození bylo postaveno na kvantově mechanické poruchové teorii a pro dvě různé volné částice (atomy či molekuly) vedlo na výsledek

$$W_{\text{disp}} = -\frac{3}{2} \frac{\alpha_1 \alpha_2 I_1 I_2}{(4\pi\epsilon_0)^2 (I_1 + I_2) r^6} \sim -\frac{1}{r^6},$$

kde $I_1 = h\nu_1$, $I_2 = h\nu_2$ jsou ionizační potenciály interagujících částic, α_1 , α_2 jejich polarizovatelnosti [22, 26]. Výsledek pro vázané částice je obdobný, až na multiplikativní konstantu.

Výslednou sílu lze spočítat pomocí gradientu

$$F_{\text{VdW}} = -\text{grad } W_{\text{VdW}} \quad (2.8)$$

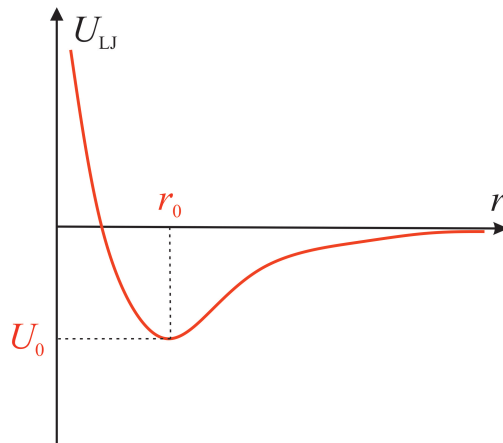
Velikosti Van der Waalsových sil pro typické podmínky při kontaktním AFM měření jsou řádově

$$F_{\text{VdW}} \sim 10^{-8} \div 10^{-9} \text{ N}$$

Krátkodosahové repulzní síly Na nejkratších vzdálenostech (atomárních) převažují odpudivé interakce dané Pauliho vylučovacím principem, ale i dalšími mechanismy,

jako např. iontovým odpuzováním. Tyto síly nelze zapsat nějakým univerzálním vzorcem, ale všechny se významně uplatňují jen na velmi krátkých vzdálenostech a při dalším přibližování atomů strmě rostou. Nejčastěji se modelují modelem pevných stěn (skokový nárůst potenciálu na nekonečno), exponenciální funkcí typu $\sim \exp(-r/\sigma)$ nebo potenciálem typu $\sim (\sigma/r)^n$, kde n a σ jsou vhodné konstanty.

Lennard-Jonesův potenciál Potenciál daný celkovým působením všech sil uvedených v předchozích odstavcích se často aproximuje modelem Lennard-Jonesa potenciálu (tj. volba posledního modelu s hodnotou $n = 12$). Tento model realisticky popisuje vlastnosti skutečné interakce sférických nepolárních molekul. Tento typ potenciálu byl poprvé navržen Lennard-Jonesem v roce 1924 [28]. Lze zapsat jako



Obrázek 2.2: *Lennard-Jonesův potenciál – model interakce dvojice nepolárních molekul, vyjadřující závislost interakční energie dvou částic na vzdálenosti mezi nimi.*

$$U_{\text{LJ}}(r) = U_0 \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - 2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right],$$

kde r je vzdálenost molekul, r_0 bod, kde se přitažlivé a odpudivé interakce navzájem vyrovnají a U_0 hloubka potenciálové jámy. Lennard-Jonesův Potenciál umožňuje vyjádřit sílu interakce sondy a vzorku při AFM měřeních. Celkovou energii systému lze získat superpozicí elementárních interakcí pro každý atom hrotu sondy (tip, T) a vzorku (sample, S). Bude

$$W_{\text{TS}} = \int_{V_{\text{T}}} \int_{V_{\text{S}}} U_{\text{LJ}}(\vec{r} - \vec{r}') n_{\text{T}}(\vec{r}') n_{\text{S}}(\vec{r}) dV dV', \quad (2.9)$$

kde $n_S(\vec{r})$ a $n_T(\vec{r}')$ jsou hustoty atomů v materiálu vzorků a sondy. Síla, jakou působí vzorek na hrot, může být vypočítaná jako [29, 30]:

$$\vec{F}_{TS} = -\text{grad}(W_{TS}). \quad (2.10)$$

2.3.2 Magnetické síly

Magnetický dipól s magnetickým momentem \vec{m} , který se nachází ve vakuu v magnetickém poli intenzity \vec{H} , má v tomto poli potenciální energii:

$$E = -\mu_0 \vec{m} \cdot \vec{H},$$

kde μ_0 je permeabilita vakua. Pro vyjádření magnetické interakce zmagnetované vrstvy hrotu se vzorkem bychom museli uvážít magnetizaci v celé magnetické vrstvě hrotu $\vec{M}_T(\vec{r})$ a při výpočtu přes tento objem integrovat.

$$E = -\mu_0 \int \vec{M}_T \cdot \vec{H}_S dV_T,$$

\vec{H}_S vyjadřuje intenzitu rozptylového pole vzorku v daném bodě hrotu. Sílu, která působí na hrot, lze pak spočítat:

$$\vec{F} = -\text{grad } E = \mu_0 \int \nabla(\vec{M}_T \cdot \vec{H}_S) dV_T. \quad (2.11)$$

Vzájemné silové působení lze také vyjádřit pomocí síly, jíž hrot působí na povrch vzorku

$$\vec{F} = \mu_0 \int \nabla(\vec{M}_S \cdot \vec{H}_T) dV_S.$$

Ve statickém případě a v nepřítomnosti proudových toků lze Maxwellovu rovnici pro magnetickou intenzitu zjednodušit na tvar $\text{rot } \vec{H} = 0$ a tedy intenzitu rozptylového magnetického pole vzorku \vec{H}_S lze vyjádřit jako:

$$\vec{H}_S(\vec{r}) = -\text{grad}\varphi_S(\vec{r}),$$

kde $\varphi_S(\vec{r})_S$ je tzv. magnetostatický potenciál rozptylového (demagnetizačního) pole. Lze jej vyjádřit jako:

$$\varphi_S(\vec{r}) = \oint_S \frac{\vec{M}_s(\vec{r}') \cdot d\vec{S}'}{|\vec{r} - \vec{r}'|} - \int_V \frac{\nabla \cdot \vec{M}_s(\vec{r}') dV'}{|\vec{r} - \vec{r}'|},$$

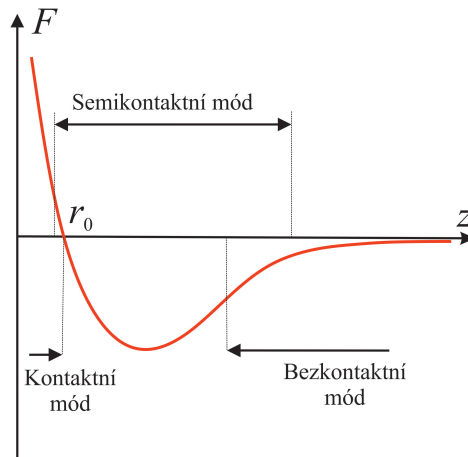
kde uzavřená integrační plocha odpovídá povrchu vzorku. Odtud pro intenzitu rozptylového pole plyne

$$\vec{H}_S(\vec{r}) = \oint_S \frac{(\vec{r} - \vec{r}')}{|\vec{r} - \vec{r}'|^3} \vec{M}_s(\vec{r}') \cdot d\vec{S}' - \int_V \frac{(\vec{r} - \vec{r}')}{|\vec{r} - \vec{r}'|^3} \nabla \cdot \vec{M}_s(\vec{r}') dV'.$$

Na rozdíl od Van der Waalsových sil, které na vzdálenost několika desítek nm prakticky vymizí, pole magnetických sil klesá se vzdáleností jen pomalu a lze je tak detekovat i ve výškách několika set nm až jednotek μm nad vzorkem.

2.4 Módy měření AFM

V mikroskopii atomárních sil využíváme tři základní módy měření v závislosti na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku: kontaktní, semikontaktní a bezkontaktní. Protože v těchto různých výškách nad vzorkem se povaha silového působení mezi hrotem a vzorkem liší, odlišuje se způsob snímání a zpracování signálu.



Obrázek 2.3: Síla působící na hrot v závislosti na vzdálenosti od vzorku a oblasti práce v kontaktním, semikontaktním a bezkontaktním režimu. Kladná hodnota odpovídá odpudivé síle, záporná přitažlivé.

2.4.1 Kontaktní mód AFM

V kontaktním režimu udržuje AFM hrot jemný mechanický kontakt se vzorkem. V této oblasti vzorek působí na hrot odpudivou silou v řádu $\approx 10^{-7}\text{N}$. Hrot je připojen ke konci raménka, které má tuhost nižší, než aby porušilo vazebné síly mezi atomy vzorku (u některých materiálů to může být problematické). Kontaktní síly způsobují

během skenování hrotu po povrchu vzorku ohyb a výchylku raménka, která odpovídá změnám v topografii povrchu vzorku – jedná se o statický režim měření. Veličina vertikálních změn raménka při měření se registruje pomocí optického systému a následně převádí na elektrický signál DFL. V kontaktním módu měření se signál DFL využívá se jako základní parametr, který charakterizuje sílu interakce mezi sondou a povrchem vzorků. Je to rozdílový signál mezi horní a dolní polovinou fotodiody a jeho hodnota je přímo úměrná interakčním silám.

Statický (DC) režim Ve statickém režimu AFM se při průchodu hrotu nad vzorkem registruje vychýlení nekmitajícího raménka, způsobené meziatomární interakcí hrotu se vzorkem. V ideálním případě pevného suchého vzorku na hrot působí odpudivá síla (ve směru kolmém k povrchu, který označíme jako osu z). Pro malá ohnutí raménka od vzorku může být přibližně vyjádřena ve tvaru:

$$F_z = k\Delta z, \quad (2.12)$$

kde Δz je výchylka raménka a k je konstanta pružnosti – tuhost raménka v ohybu, je to jeden z parametrů standardně udávaných výrobcí hrotů. Pro raménko tvaru kvádra tloušťky h , šířky d , délky l , z materiálu s Youngovým modulem pružnosti E je přibližně rovna

$$k \doteq \frac{h^3 d E}{4l^3}. \quad (2.13)$$

V případě, že je vzorek měkký nebo povrch vlhký, mohou se i v kontaktním režimu projevit síly, které nejsou zahrnuty v Lennard-Jonesově potenciálu a hrot může být i v kontaktním režimu vzorkem přitahován, což způsobí ohyb raménka směrem ke vzorku.

Měření v kontaktním módu lze provádět ve dvou režimech, a to s konstantní výškou nebo konstantní silou. Při měření s konstantní výškou skener mikroskopu udržuje pevný konec raménka na stálé výšce. V procesu měření se mění ohyb raménka a optický systém detekuje výchylku stopy odraženého laserového svazku. Při využití metody konstantní síly se udržuje stejný ohyb raménka. Aby se jeho výchylka se neměnila, mikroskop využívá systém zpětné vazby. Pak vertikální pohyby skeneru přímo kopírují topografii povrchu vzorku.

Kontaktní režim AFM má řadu výhod před jinými režimy. Umožňuje provádět skenování povrchu vzorku s vysokou rychlostí, což je velmi důležité při studiu některých jevů, které probíhají v reálném čase. Je použitelná i pro vzorky se silnou vertikální změnou v topografii, ovšem s omezeními danými tvarem hrotu. Tento režim má také své nevýhody. Při stálém kontaktu sondy s povrchem na ni působí i laterální síly – síly tření. Kromě toho, ze vzduchu může na povrchu vzorku zkondenzovat voda a vzniknout kapilární síly, které také negativně ovlivňují měření. Laterální síly mohou vést až k porušení struktury měkkých vzorků [12, 10].

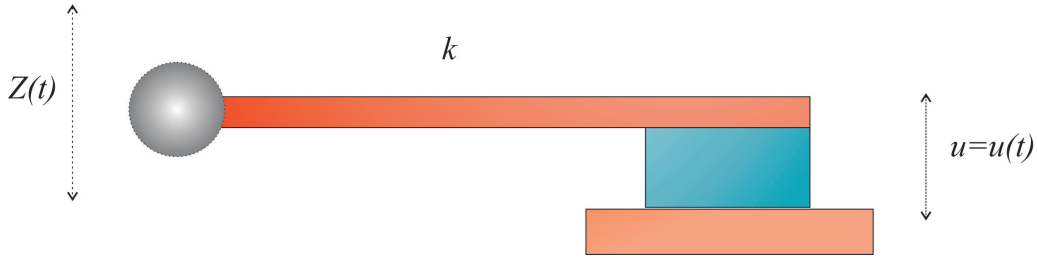
Ačkoli kontaktní režim se obvykle při skenování povrchu pro následné MFM měření nevyužívá, v praktické části jsem jej několikrát využil v případech, kdy jsem usoudil, že výsledek semikontaktního měření topografie povrchu je zkreslen vlivem působení magnetických sil.

2.4.2 Nekontaktní mód AFM (NC-AFM)

Nekontaktní (bezkontaktní) režim byl poprvé využit Martinem v roce 1987 [13]. Hrot se pohybuje nad vzorkem v takové výšce, že je ke vzorku přitahován. Rozestup mezi hrotem a vzorkem u bezkontaktního režimu měření topografie vzorku je v řádu jednotek až desítek nm [35], typická velikost síly je $\approx 10^{-12}$ N. Protože síla mezi hrotem a vzorkem v bezkontaktním režimu AFM je ve srovnání s kontaktním režimem malá, je měření obtížnější a obvykle se pracuje v tzv. dynamickém režimu. Výhodou nekontaktního měření je potlačení laterálních sil a možnost práce i s měkkými vzorky.

Dynamický (AC) režim V dynamickém (AC) režimu se pro detekci magnetického pole používá raménko kmitající nad vzorkem, které je buzeno do kmitání přibližně na frekvenci ω_0 , která je bez přítomnosti dalších sil jeho rezonanční frekvencí. V AC režimu sledujeme amplitudu A , fázový posun mezi kmity a budící silou φ a frekvenci kmitání raménka ω . Změny těchto veličin v důsledku nenulové působící síly nebo nenulového gradientu síly $\frac{\partial F}{\partial z}$ ve směru osy z se zaznamenávají a následně vyhodnocují. Přesný matematický popis kmitání sondy AFM v interakci se vzorkem je značně komplikovaný. Hlavní charakteristiky procesů při interakci mezi kmitající sondou a povrchem si můžeme přiblížit na základě nejjednoduššího modelu s lokalizovanou hmotností, jako na obrázku 2.4.

Nucené oscilace zjednodušeného modelu sondy Aproximujme kmity sondy popisem výchylky hrotu podél osy z . Tuhost tohoto oscilátoru je dána přibližně vztahem (2.13), hmotnost m uvažujme lokalizovanou na konci nosníku (reálně bychom mohli uvážit $m \doteq m_T + m_{\text{ef}}$, kde m_T je hmotnost hrotu na konci raménka a m_{ef} efektivní hmotnost raménka, která pro obdélníkový nosník odpovídá přibližně čtvrtině jeho skutečné hmotnosti. Druhý konec nosníku je upevněný na piezovibrátoru PV.



Obrázek 2.4: Zjednodušený model hrotu s hmotností lokalizovanou na konci hrotu

Pevný konec piezovibrátoru necháme harmonicky kmitat s frekvencí ω

$$u = u_0 \cos(\omega t).$$

Pohybovou rovnici pro tento systém pak lze zapsat

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0, \quad (2.14)$$

kde koeficient γ u členu s první časovou derivací výchylky \dot{z} zohledňuje i síly viskózního tření ve vzduchu a síla F_0 zahrnuje všechny konstantní síly, které na hmotný bod působí. Protože konstantní síla u kmitavého systému pouze posouvá rovnovážnou polohu, bez vlivu na amplitudu a fázi kmitů, lze počátek osy z posunout a přeznačit proměnnou $z + F_0/k \rightarrow z$, pohybovou rovnici pak lze zapsat jako

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + kz = ku_0 \cos(\omega t) \quad (2.15)$$

Celou rovnici vydělíme m a zavedeme označení frekvence netlumených kmitů ω_0 a činitele jakosti Q

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}, \quad Q = \frac{\omega_0 m}{\gamma},$$

dostaneme

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{z} + \omega_0^2 z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t). \quad (2.16)$$

Nejjednodušší řešení této rovnice je v rovině komplexních čísel. Hledáme řešení ve tvaru

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t} = Ae^{-i(\omega t + \varphi)},$$

kde komplexní amplituda $a = A \exp(-i\varphi)$ v sobě zahrnuje informaci o reálné amplitudě kmitů A i fázovém posunu φ mezi kmitáním a budicí silou. Po dosazení do

$$\ddot{\eta} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{\eta} + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t} \quad (2.17)$$

a po úpravě dostaneme komplexní amplitudu

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}},$$

jejíž absolutní hodnota se rovná amplitudě nucených kmitů $A(\omega)$

$$A(\omega) = \frac{\omega_0^2 u_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}. \quad (2.18)$$

Pro fázový posun dostaneme rovnici

$$\varphi(\omega) = \arctan \left(\frac{1}{Q} \cdot \frac{\omega \omega_0}{\omega^2 - \omega_0^2} \right).$$

Návratem k reálné proměnné $z = \Re(\eta)$ dostaneme pro okamžitou výchylku rovnici $z = A \cos(\omega t + \varphi)$. Z výrazu (2.18) plyne, že amplituda kmitu sondy na frekvenci ω_0 je dána činitelem jakosti systému Q [30] a rezonanční frekvence je rovna

$$\omega_R = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}. \quad (2.19)$$

Aplikace teorie nucených kmitů na bezkontaktní mód AFM V bezkontaktním modu raménko osciluje s malou amplitudou řádově 1 nm. Jakmile se sonda přibližuje k povrchu vzorku, začíná na ni působit dodatečná síla F_{TS} , která ji přitahuje ke vzorku. Lze ji přibližně vyjádřit pomocí síly F_{TS0} působící ve výšce z_0 , jako

$$F_{TS}(z) = F_{TS0} + z \cdot \left. \frac{\partial F_{TS}(z)}{\partial z} \right|_{z=z_0} = F_{TS0} + z F'_z. \quad (2.20)$$

Pokud tuto sílu nově zahrneme do rovnice (2.14), dostaneme

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0 + F_{TS} + F'_z z.$$

Konstantní část síly přidáme k původní hodnotě F_0 a obdobným způsobem jako v předchozím odstavci posuneme počátek souřadnice z tak, že přejdeme k nové proměnné. Při zadání nové proměnné $z + (F_0 + F_{TS0})/k \rightarrow z$ lze modifikovat rovnici (2.15) na

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + (k - F'_z) \cdot z = k u_0 \cos(\omega t)$$

Za předpokladu, že F'_z je v uvedené oblasti přibližně konstantní, lze tuto rovnici interpretovat tak, že přítomnost gradientu síly vede ke změně efektivní tuhosti systému

$$k_{\text{ef}} = k - F'_z$$

Pohybová rovnice při interakci hrotu se vzorkem se pak změní z tvaru (2.16) na

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{z} + \left(\omega_0^2 - \frac{F'_z}{m}\right) \cdot z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t)$$

a analogickým způsobem, jak bylo provedeno v předchozím případě, lze získat amplitudovou charakteristiku [30]:

$$A'(\omega) = \frac{\omega_0^2 u_0}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m}\right)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}$$

a fázový posun

$$\varphi'(\omega) = \arctan \left(\frac{1}{Q} \cdot \frac{\omega \omega_0}{\omega^2 + \frac{F'_z}{m} - \omega_0^2} \right).$$

Rezonanční frekvence se také odpovídajícím způsobem změní

$$\omega'_R = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2} - \frac{F'_z}{k}}.$$

Rezonanční frekvence celého systému ω_R je tedy vlivem interakce se vzorkem posunuta o hodnotu

$$\Delta\omega_R \approx -\frac{F'_z \omega_0}{2k}$$

a fázový posuv na rezonanční frekvenci volného raménka se změní o [30]

$$\Delta\varphi(\omega_R) = \varphi'(\omega_R) - \varphi(\omega_R) \approx \frac{Q F'_z}{k}.$$

Obě tyto veličiny mohou sloužit k zobrazení magnetických domén v MFM měřeních.

2.4.3 Semikontaktní mód AFM

Poprvé byl semikontaktní mód („semi-contact“ nebo také „tapping mode“) popsán Bennigem v roce 1986. Raménko sondy se opět pomocí piezoelektrického modulátoru rozkmitá do nucených kmitů a pracuje v takové výšce, že v nejnižším bodě se hrot téměř dotýká povrchu vzorku, působí zde na něj tedy odpudivé atomární síly, ale pohybuje se i v oblasti, kde je interakce přitažlivá. V tomto režimu tedy nelze ani přibližně pokládat

silový gradient za konstantní a matematické odvození charakteristik kmitání by bylo mnohem náročnější než v předchozím případě. I v tomto případě ale má interakce za následek malý posun rezonanční frekvence, amplitudy a fáze, které jsou detekovány a vyhodnocovány. Tato metoda je vhodnější než dotyková v případech, kde by hrozilo poškození povrchu třením nebo tažením a je rovněž vhodnější než bezdotyková, je-li nutno snímat větší plochy zahrnující větší rozpětí v ose z [12].

Při MFM měření se v tomto režimu obvykle provádí sken topografie vzorku.

2.5 Metoda dvojího průchodu při AFM-MFM

Při provádění magnetických měření je zásadní oddělit magnetický obraz od topografie vzorku. Proto se magnetická měření provádí metodou dvojího průchodu, která využívá rozdílné rychlosti poklesu Van der Waalsových a magnetických sil se vzdáleností. Zatímco Van der Waalsův potenciál mezi bodovými dipóly klesá $\sim r^{-6}$, interakce mezi magnetickými dipóly $\sim r^{-3}$. Obecně se techniky s více průchody (many-pass) využívají i v dalších případech, kdy potřebujeme zjistit o vzorku jinou informaci, než je jeho topografie, přičemž je nutné odstranit vliv struktury povrchu. Metoda dvojího průchodu při AFM-MFM měření je následující. V prvním kroku proměříme povrch vzorku pomocí semikontaktního nebo kontaktního módu. V této fázi se předpokládá, že magnetické síly jsou mnohem menší než meziatomární síly působící na hrot a výsledek jimi tedy není ovlivněn. Jakmile dojde k zmapování celého povrchu, počítač uloží topografii do paměti. V dalším kroku hrot zvedneme na takovou výšku, kde je vliv atomárních sil téměř zanedbatelný a působí zde jen dalekodosahové, např. magnetické síly. V tomto druhém kroku pak sonda proskenuje opět celý povrch, přičemž na základě dříve uložené topografie je udržována v konstantní výšce nad povrchem, aby se zbytkový vliv meziatomárních sil zcela odstranil. Prakticky se tyto dva kroky často realizují po řádcích. V praxi ovšem působí mezi vzorkem a hrotem řada sil na krátkých i delších vzdálenostech a uspokojivé separace magnetického kontrastu není vždy dosaženo.

I MFM využívá dva základní typy detekčních režimů, statický a dynamický.

Statický režim MFM Ve statickém MFM režimu se při druhém průchodu registruje vychýlení nekmitajícího raménka, způsobené magnetickou interakcí sondy se vzorkem. Jak jsme viděli v předchozí podkapitole, magnetická síla, která působí na sondu, způsobí

ohnutí (posunutí rovnovážné polohy z) raménka a lze ji přibližně vyjádřit z výchylky raménka a jeho tuhosti v ohybu podle vztahu (2.12). Tato výchylka může mít kladné i záporné znaménko podle orientace síly. Magnetické pole působí na dipól nenulovou výslednou silou pouze tehdy, je-li toto pole nehomogenní. Síla je pak dána vztahem (2.11), kde vzhledem ke směru ohybu raménka je rozhodující z -ová složka síly:

$$F_z = \mu_0 \int \vec{M}_T \cdot \frac{\partial \vec{H}_S}{\partial z} dV_T. \quad (2.21)$$

Hroty se obvykle magnetují ve svislém směru, ve kterém je i nejsnazší ohyb raménka. Vzhledem ke skalárnímu součinu ve výrazu (2.21) pak lze nejsilnější odezvu čekat při rychlé změně z -ové složky pole podél této osy.

Pokud magnetický dipól není rovnoběžný s magnetickým polem, působí na něj pole také nenulovým silovým momentem, který jej stáčí do směru pole. Tyto momenty mohou způsobit ohyb či mírnou torzi hrotu.

Dynamický režim MFM Pracuje na stejném principu, jaký byl pro AFM popsán výše, ale nejsou zde rozhodující atomární síly, ale síly, jimiž na hrot působí magnetické pole. Systém zpětné vazby kmitý na původní rezonanční frekvenci s konstantní amplitudou a sleduje změnu fázového posunu mezi kmitý piezovibrátoru a hrotu. Derivaci z -ové složky magnetické síly lze ve shodě s (2.21) zapsat jako [31]

$$F'_z = \mu_0 \int \vec{M}_T \cdot \frac{\partial^2 \vec{H}_S}{\partial z^2} dV_T. \quad (2.22)$$

Pokud je nenulová, dojde ke změně rezonanční frekvence a fázového posunu kmitů, který zaznamenáváme a na základě něj získáváme informaci o velikosti a tvaru magnetických domén vzorku. Tento způsob je běžnější než statická měření MFM.

Další možností, avšak technicky náročnější, je udržování systému v rezonanci změnou budicí frekvence tak, aby se fázový posun mezi piezovibracemi a kmitý vzorku udržoval na stálé hodnotě $\varphi = \pi/2$. Výhodou je nezávislost na činiteli jakosti kmitajícího raménka, který se může vlivem vnějších podmínek měnit.

Kapitola 3

Experimentální část

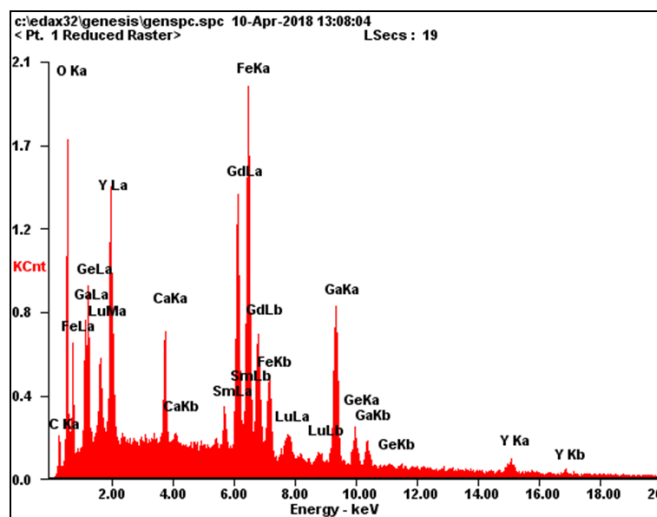
3.1 Měření bez přítomnosti vnějšího pole

3.1.1 Měřicí zařízení a vzorek

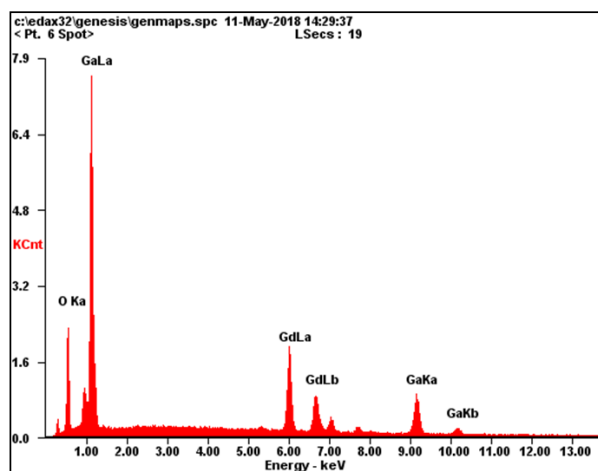
Praktická část mé diplomové práce byla realizována na modulárním systému mikroskopu NTEGRA Prima, který umožňuje provádět AFM-MFM měření na maximální ploše velikosti $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ a umožňuje pracovat v podélném poli (in-plane, rovnoběžným s povrchem vzorku) do hodnoty max. 2000 Gauss a příčném poli (out-of-plane, kolmém na povrch vzorku) do max. 500 Gauss ($1\text{ G} = 10^{-4}\text{ T}$). V obou případech je nezbytné chlazení magnetů a pro dobré výsledky také aktivní antivibrační podstavec.

Prvním krokem byl výběr vhodného vzorku. K dispozici bylo několik materiálů, jako například FeNbSiB/FeSiB pásky, na kterých jsem měřil při své bakalářské práci, Heuslerovu slitinu Co_2FeAl , různé granátové vrstvy, magnetická záznamová média atd. Protože jsem ve své práci primárně nechtěl studovat samotný vzorek, ale porovnávat různé hroty a režimy měření, hledal jsem jeden vhodný materiál, na němž bych mohl realizovat všechny zamýšlené postupy. Ideální vzorek byl takový, který nemá výraznou topografii, má rovnoměrně rozloženou doménovou strukturu po celé ploše a dlouhodobě si ji udržuje i bez vnějšího pole. Domény ale nesmí být příliš velké, aby se jich do zobrazovaného pole vešlo přinejmenším několik a bylo možno pozorovat změny jejich tvaru a velikosti v magnetickém poli.

Po analýze řady vzorků na AFM-MFM a magnetooptickém Kerrově mikroskopu (MOKM) se jako ideální jeví granátové vrstvy, které dále označuji jako vzorek A



Element	Wt %	At %
C K	06.57	18.75
O K	25.33	54.23
Ca K	02.26	01.93
Sm L	03.47	00.79
Gd L	22.15	04.82
Fe K	12.33	07.56
Lu L	03.17	00.62
Ga K	14.00	06.88
Ge K	03.47	01.64
Y K	07.25	02.79

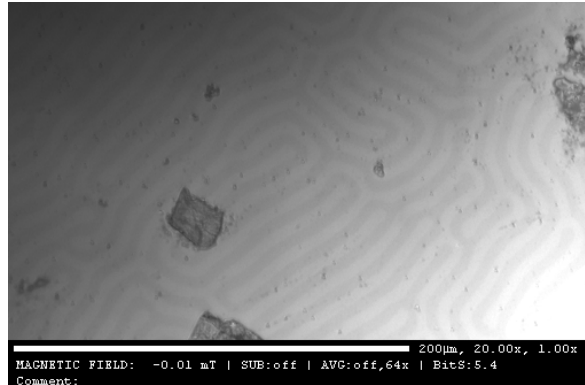


Element	Wt%	At%
OK	13.94	51.71
GdL	52.71	19.90
GaK	33.35	28.39
Matrix	Correction	ZAF

Obrázek 3.1: *EDX analýza chemického složení z povrchu (nahore) a lomu vzorku odpovídá jeho předpokládanému složení (zaznamenaná přítomnost uhlíku je z důvodu kontaminace zařízení předchozími vzorky a vzhledem k malé tloušťce jsou prvky matrice detekovány i při analýze z povrchové plochy vzorku)*

a vzorek B. Dle ústní informace se jednalo o vzorek tvořený magnetickou vrstvou na podložce gadolinium galiového granátu, záznamech o dřívějších měřeních na pracovišti jsme dohledali pravděpodobné složení, ale protože vzorek nebyl nijak označen, pro jistotu jsem nechal ověřit jeho chemické složení metodou EDAX. Výsledky analýzy povrchu a středu lomu jsou na obrázku 3.1 a odpovídají očekávání. Podle dostupných informací jsou tyto vzorky tvořeny epitaxní vrstvou materiálu $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ v tloušťce cca 3–6 μm na podložkách gadolinium galiového granátu $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ tloušťky cca 450 μm . Vrstvy byly vytvořeny izotermní LPE metodou. Tento materiál byl dříve studován např. s ohledem na možnosti použití v počítačových pamětech [36]. Výhodou

je teplotní stabilita jeho magnetických parametrů v rozmezí 200 až 500 K [37]. Vzorek A má větší tloušťku vrstvy než vzorek B a také generuje silnější rozptylové pole, zabýval jsem se i vzorkem C, jehož epitaxní vrstva byla ještě tenčí, ale bez buzení vnějším polem jsem na něm doménovou strukturu už nepozoroval, proto jsem jej dále nepoužil.



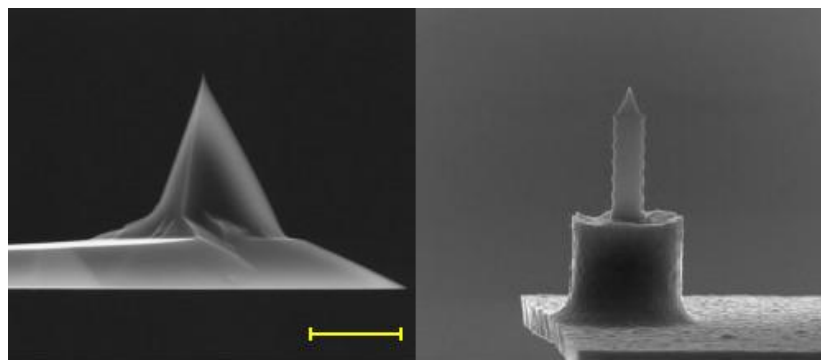
Obrázek 3.2: *Magnetická struktura vzorku A – vrstvy $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ na $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ – změřená na MOKM; i bez vnějšího pole jsou zde dobře zřetelné domény po celé pozorovatelné ploše*

3.1.2 Použité hroty a zkušenosti s nimi

typ hrotu	magne- tická vrstva	rádus hrotu (nm)	délka raménka (μm)	šířka raménka (μm)	tloušťka raménka (μm)	rezonanční frekvence (kHz)	tuhost raménka (N m^{-1})
MFM01	CoCr	40	225	32	2,5	47-90	1,2-6,4
MFM10	CoCr	40	125	30	3,0	87-230	1,45-15,1
HA_FM	CoFe	35	223	34	3,0	70-85	2,8-4,2

Tabulka 3.1: *Přehled typických vlastností použitých hrotů*

V tabulce 3.1.2 jsou popsány typy hrotů, které jsem používal při měřeních pro svou diplomovou práci. Použil jsem sondy MFM01, MFM10 a HA_FM Co/Fe. Některé vlastnosti mají obdobné (tloušťku feromagnetické vrstvy udávanou výrobcem cca 40 nm, poloměr zakřivení špičky hrotu 35–40 nm, jen mírně odlišné tloušťky a šířky raménka), velký rozdíl spočívá délce ramének a tím i v jejich tuhosti a rezonanční



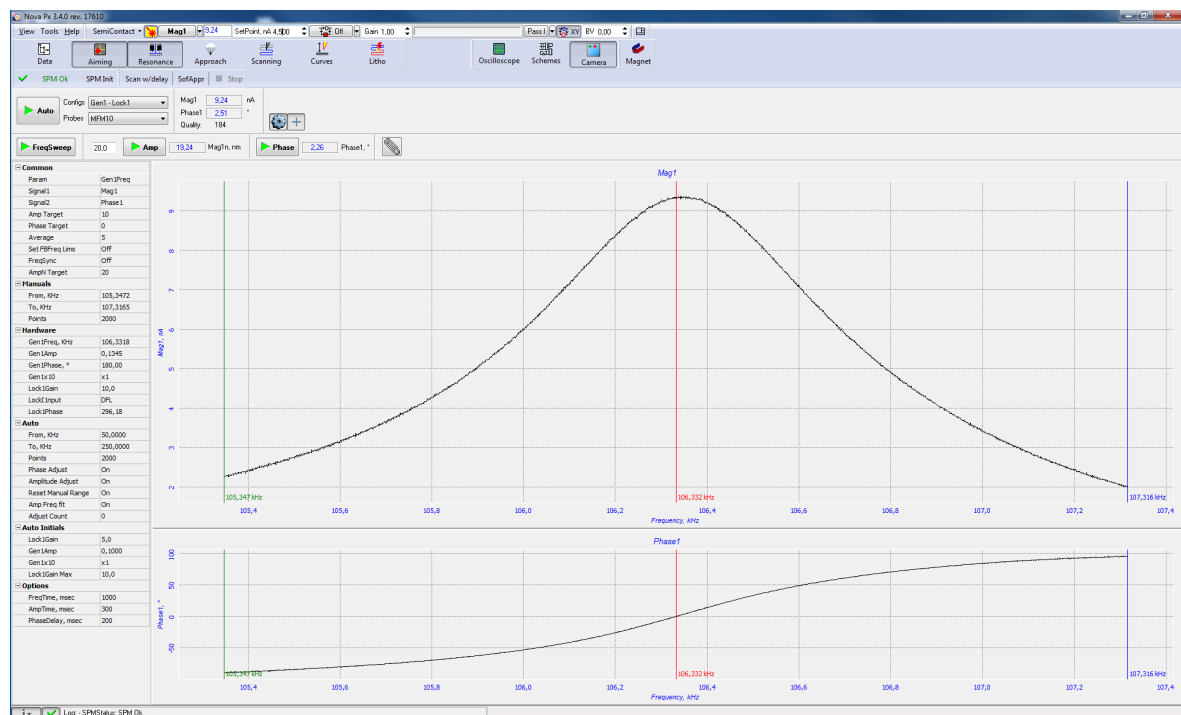
Obrázek 3.3: Použité hroty - vlevo tvar hrotů MFM01/CoCr a MFM10/CoCr, vpravo hrot pro vysoce přesná měření HA_FM/CoFe, vyznačená úsečka má délku cca 5 μm . Fotografie převzaty ze stránek výrobce [38, 40]

frekvenci. Tuhost raménka závisí na tvaru, rozměrech a materiálu, ze kterého je raménko vyrobeno, pro raménka tvořená jedním ramenem obdélníkového průřezu přibližně podle vztahu (2.13). Tlustší a kratší raménka mají větší tuhost a tím i větší rezonanční frekvenci, jak plyne ze vztahů (2.4.2) a (2.19). MFM01 a MFM 10 sondy mají hroty pyramidálního typu s pokrytím Co/Cr a liší především rezonanční frekvencí.

MFM01 má menší rezonanční frekvenci zejména díky delšímu raménku, než má MFM10 [38, 39]. Sonda HA_FM Co/Fe má na rozdíl od předcházejících sond úzký hrot s kuželovitým zakončením a s pokrytím Co/Fe, což se projevilo lepším snímáním magnetického kontrastu. Také má menší rozptyl parametrů a chovala se stabilněji při měřeních v magnetickém poli, kdy na rozdíl od typů MFM01 a MFM10 pomaleji ztrácela magnetizaci [40].

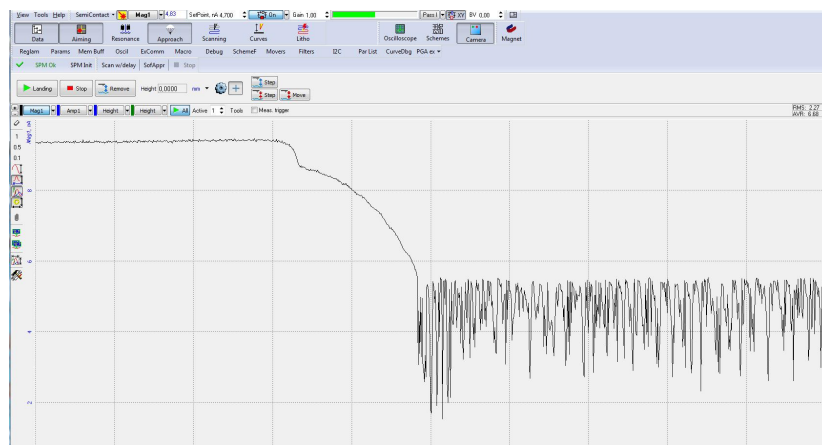
Při výrobě sond těchto mikroskopických rozměrů nelze zajistit, aby měly všechny sondy daného typu stejné vlastnosti, proto každé semikontaktní a nekontaktní měření začíná změřením rezonanční frekvence hrotu. Ta může být i následně ovlivněna vlhkostí či samotným měřením. Netypická rezonanční charakteristika může také indikovat špatné osazení nebo vadný hrot.

Hrot MFM10 byl vhodný pro měření na vzorcích se slabším rozptylovým polem. U vzorku A s největší vrstvou $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ vykazoval, pravděpodobně kvůli své vyšší rezonanční frekvenci a tuhosti, při přistání do semikontaktu tendence k vysokému šumu. Hroty MFM01 a zejména HA_FM přistávaly lépe, měly menší tendenci k nežádoucím oscilacím magnitudy, viz obrázek 3.5. Pro přistání s hrotem MFM10 bylo

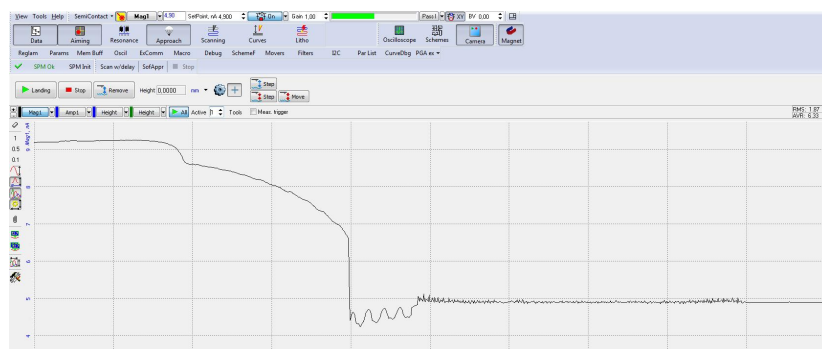


Obrázek 3.4: *Typický průběh amplitudové a fázové charakteristiky při úspěšném nalezení rezonanční frekvence, zde konkrétně u hrotu MFM10, rezonanční frekvence $\omega_R = 106,332$ kHz, fázový posun mezi kmity a budicí silou je v rezonanci roven $\pi/2$, což odpovídá charakteristice $Phase1 = \Delta\varphi = 0^\circ$*

u tohoto vzorku většinou potřeba snížit magnitudu a set-point. U vzorku s tenčí vrstvou $(Y\text{SmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ tento problém nenastával – obr. 3.6. Měření ovšem ovlivňují i další parametry, které jsem v jednotlivých případech nemohl specifikovat (osazení, magnetizace, místo přistání na vzorku...). Hrot HA_FM/CoFe se velmi osvědčil co do kvality i stability při měření, viz obrázek 3.7, kde je zachycena nejprve plocha v maximální možné velikosti a pak detail, výborný je zejména poměr kontrast-šum, což lze porovnat s výstupy z měření s hroty řady MFM v následujících částech. Také vykazoval dobrou stabilitu při měření v proměnném magnetickém poli, viz profil vzorku A při 0 G před a po sérii měření s in plane přiloženým polem (podél roviny povrchu vzorku) v rozsahu ± 900 G, viz obrázek 3.8 – magnetický kontrast se prakticky nesnížil. Vzhledem ke svému tvaru bude ale pravděpodobně zranitelnější. U MFM01 hrotů výrobce vyzdvihuje dlouhou životnost, hroty MFM10 momentálně nejsou u výrobce NT-MDT v nabídce.



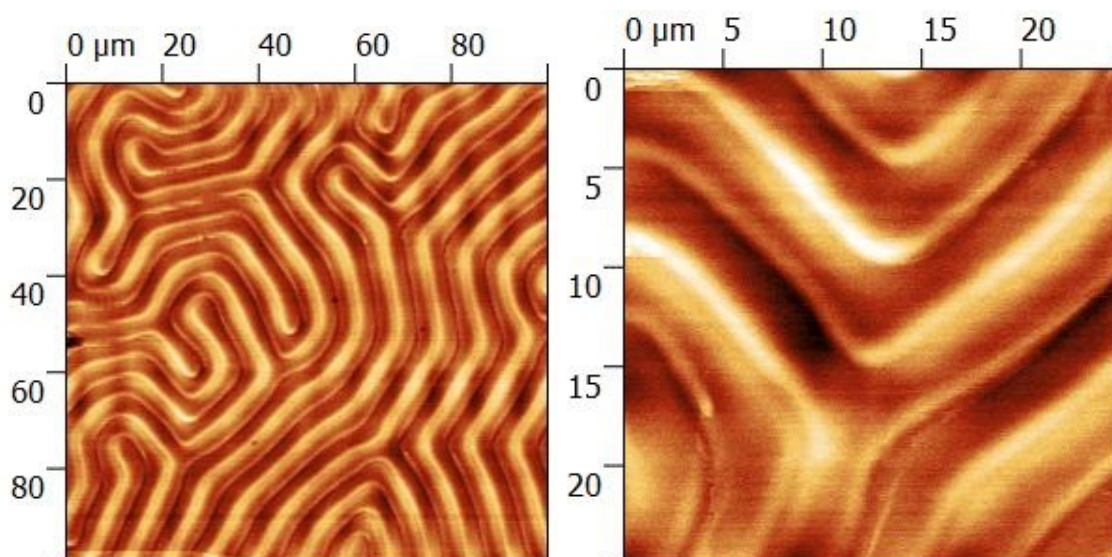
Obrázek 3.5: *Pokus o přistání v semikontaktu s hrotem MFM10 na vzorek s výrazným rozptylovým polem. Vykazuje velké oscilace v magnitudě, stav nevyhovující pro následné měření. Je třeba upravit parametry*



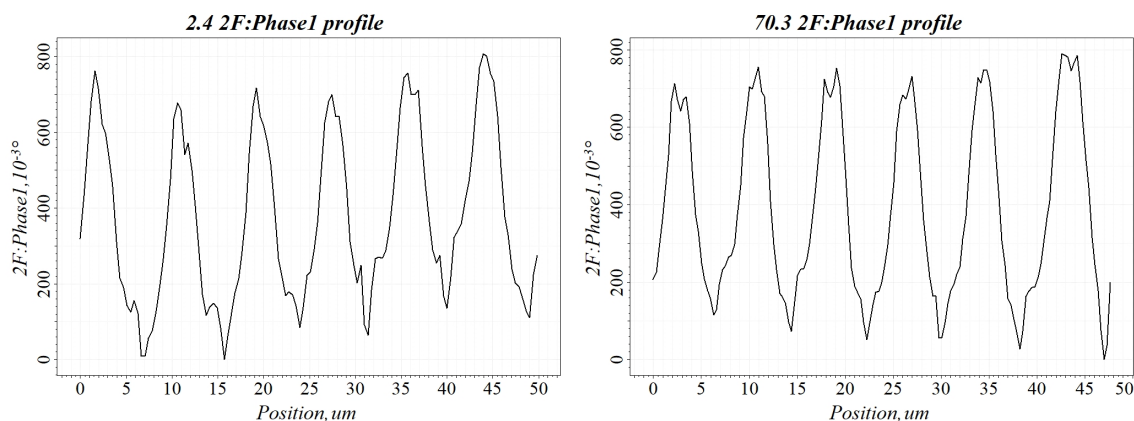
Obrázek 3.6: *Úspěšné přistání v semikontaktu s hrotem HA_FM na vzorek s výrazným rozptylovým polem*

3.1.3 Artefakty a další problémy při měření

MFM měření, na rozdíl od měření AFM, které dává při správně zvolené sondě, režimu a parametrech měření poměrně přesné kvantitativní výsledky, u standardního měření MFM tuto informaci k dispozici nemáme. První problém u magneticky měkčích sond je, že mění svoji magnetizaci, která je tak neznámým vstupním parametrem. Výrobce doporučuje hroty, které nebyly delší dobu od výroby používány, před měřením „zmagnetovat běžným magnetem“, o výsledném magnetickém momentu hrotu tak nemáme dostupnou informaci. I kdybychom ji měli, jeho stav se může při měření změnit jak interakcí se vzorkem, tak s vnějším polem. Hroty velmi magneticky tvrdé naopak zase mohou ovlivňovat magnetické uspořádání vzorku (zejména ve fázi prvního kroku, kdy se v semikontaktu zjišťuje topografie), což obvykle také není žádoucí. S magnetizací



Obrázek 3.7: *Magnetické domény bez přiloženého pole (a detail), hrot HA_FM/CoFe. Zobrazení vykazuje výborný kontrast a malý šum*

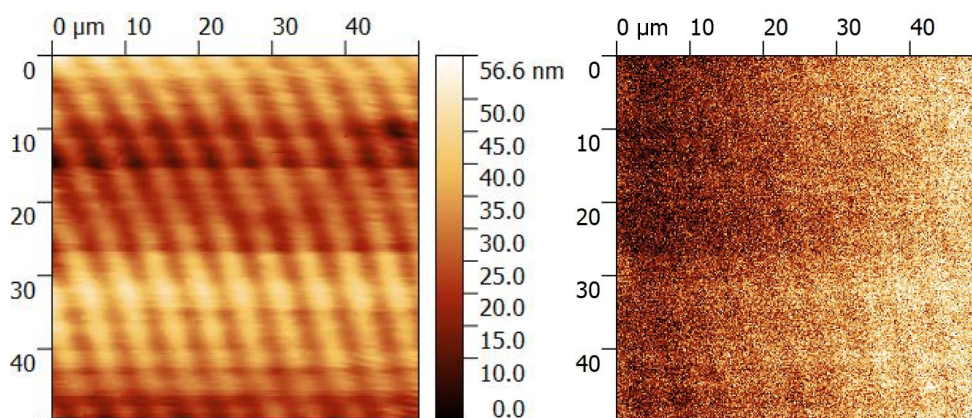


Obrázek 3.8: *Profily magnetického kontrastu (Phase1) domén bez přiloženého pole, hrot HA_FM/CoFe, výška nad vzorkem při druhém průchodu (lift-mode) $D = 300$ nm. Zobrazení zachovává kontrast a malý šum i po vystavení hrotu proměnlivému vnějšímu poli – v prvním i druhém případě je rozdíl mezi maximem a minimem prakticky shodný, přibližně $\Delta\varphi = 0,8^\circ$*

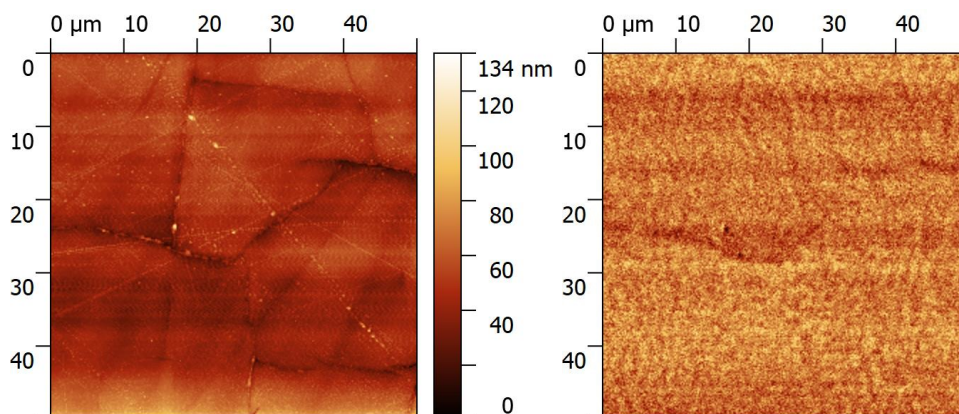
hrotu souvisejí problémy, kterým se manuál k přístroji nevěnuje:

- nedostatečně zmagnetovaný hrot,
- přemagnetovaný hrot,
- změna magnetizace hrotu v průběhu měření.

První případ může snadno nastat, pokud není magnetizace hrotu po delší době obnovena, v takovém případě se chová téměř jako nemagnetický hrot a i u vzorku, který má výraznou doménovou strukturu, žádné domény nepozorujeme, nebo zanikají v šumu. Při svých měřeních jsem několikrát pozoroval efekt, o kterém se domnívám, že je způsoben druhou závadou, tedy přemagnetováním hrotu. Po zmagnetování hrotu neoddymovým magnetem jsem při měření na jednom ze zkusmých vzorků dostal následující výsledek, viz obrázek 3.9.



Obrázek 3.9: *Příliš silné namagnetování hrotu, které ve svém důsledku zobrazuje magnetický kontrast v topografii. V magnetickém kontrastu na levém obrázku je jen náznak doménové struktury*



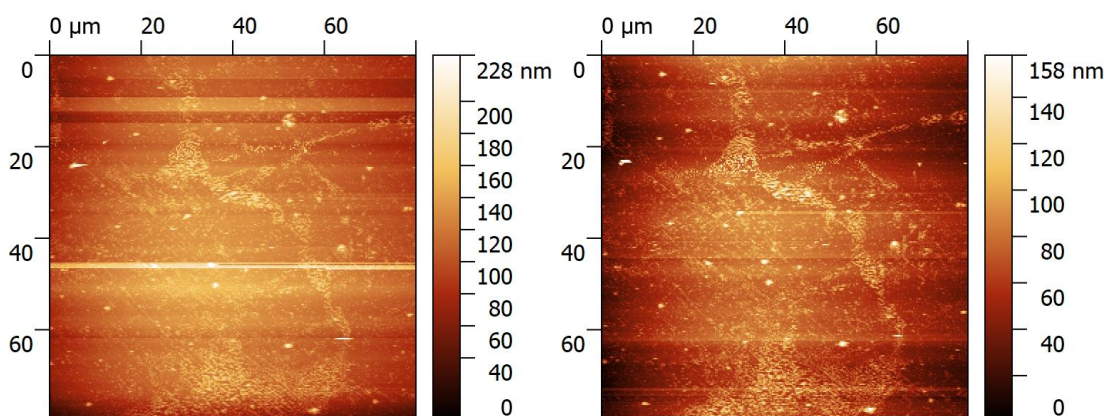
Obrázek 3.10: *Reálná topografie vzorku a magnetický kontrast po kontaktním proskenování*

Obrázek vlevo odpovídá semikontaktnímu měření výšky hrotem MFM10, které vykazuje pravidelnou strukturu, jakou jsme v topografii tohoto vzorku neočekávali. Na příslušném magnetickém kontrastu vpravo lze pozorovat jen slabý náznak magnetických

domén. Poté, co jsem vzorek proměřil v kontaktu, se domnívám, že magnetická interakce hrotu se vzorkem v prvním AFM semikontaktním měření byla příliš silná (oproti předpokladům metody dvojího průchodu) a měření pak falešně vykazovalo v topografii struktury, kopírující ve skutečnosti průběh domén. Následné měření v kontaktním režimu totiž žádnou takovou strukturu nevykazovalo, viz obrázek 3.10 vlevo. Vzhledem k tomu, že při druhém průchodu prvního měření výška kopírovala zkreslený povrch vyhodnocený při prvním průchodu, magnetický kontrast v MFM měření byl tímto potlačen a doménová struktura zde byla nezřetelná. V následném AFM-MFM měření (po proskenování celého pole v kontaktu) již hrot vykazoval topografii odpovídající kontaktnímu měření, avšak ani pak jsme nedosáhli magnetický kontrast. Interpretací tohoto efektu si nejsem zcela jist, jedna z možností je, že se hrot při kontaktním měření v rychle se střídající orientaci rozptylového pole naopak odmagnetoval. Tuto hypotézu jsem bohužel dosud nestihl prověřit. Podobné neexistující topografické struktury jsem zaznamenal opakovaně i na vzorku A, po kontrolním částečném kontaktním skenu pak byla v následném AFM-MFM měření doménová struktura naopak lépe patrná.

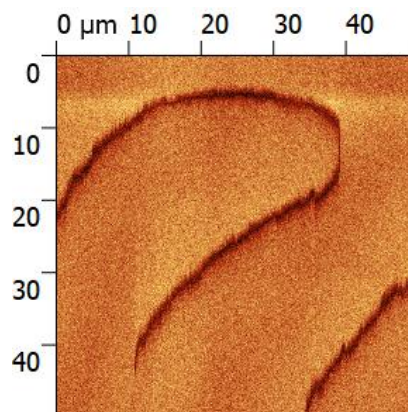
Třetí problém, tj. změnu magnetizace hrotu v průběhu měření, budu komentovat později, v části věnované měření ve vnějším poli, stejně jako artefakty topografického původu v MFM výstupech měření.

Vliv rychlosti a směru skenování na kvalitu skenu Úspěšné získání magnetického obrazu může narušit i sama topografie vzorku, pokud obsahuje výrazné struktury. Na AFM záznamu pak vznikají falešné linie ve směru skenování a podklady pro na-



Obrázek 3.11: *Potlačení kazů vzniklých na topografickém záznamu v důsledku osamocené vysoké struktury snížením skenovací frekvence na polovinu*

stavení výšky v dotčených bodech nad vzorkem jsou pak nepřesné. Některé struktury ani nelze s konkrétním hrotem správně zachytit, vzniku některých artefaktů ale lze částečně zabránit zpomalením měření na problematickém místě. Na obrázku 3.12 je zachyceno semikontaktní měření s hrotem HA_FM při rychlosti $\text{rate} = 1 \text{ Hz}$ a následné měření, kdy byla rychlost v problematickém místě snížena na $0,5 \text{ Hz}$ (tj. 1 řádek je proskenován za 2 sekundy). Pokud bychom změnili směr skenování o 90° , chybová linie vznikne ve svislém směru. V případě nesymetrických překážek na vzorku, které z jedné strany vzrůstají pozvolna a z druhé skokově, může být výhodné změnit směr skenování na opačný. V případě výskytu podélných struktur, ať už v topografii nebo v magnetickém obrazu, je vhodné skenovat napříč těmito strukturami i v případě, že bude nutné snížit rychlost skenování. Snímání podél těchto struktur je obvykle méně přesné, přináší menší kontrast, skenování v malém úhlu s nimi působí i posuny a nepřesnosti v obraze (viz např. obrázek 3.12). Vzhledem ke složité doménové struktuře některých vzorků u nich nelze zvolit ideální směr skenu.



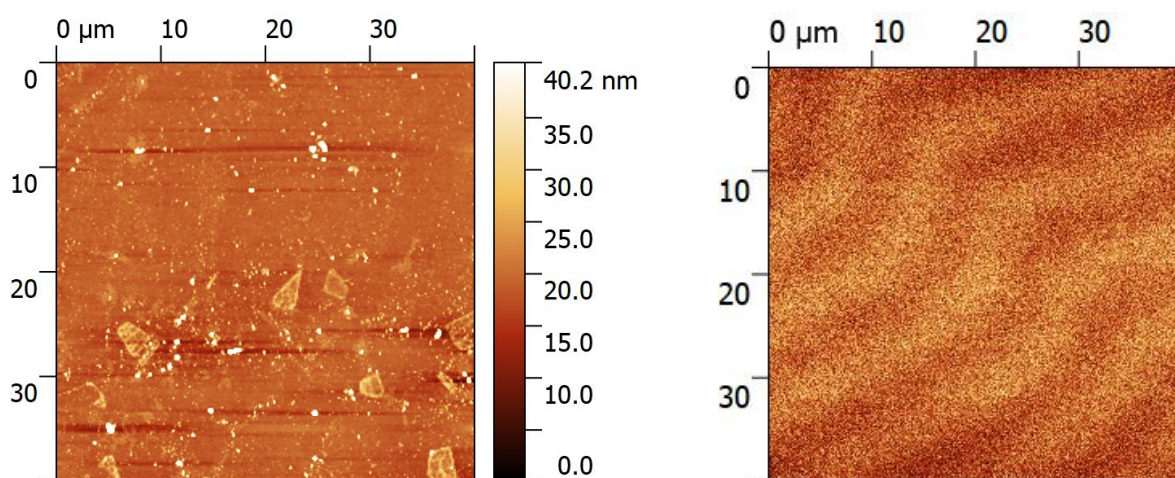
Obrázek 3.12: *Vliv směru skenování na výsledný MFM obraz, skenováno ve svislém smětu – struktury, které svírají se směrem skenování velmi malý úhel, nemají realistickou šířku a někdy zcela zanikají*

3.1.4 Vliv vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem v MFM měření

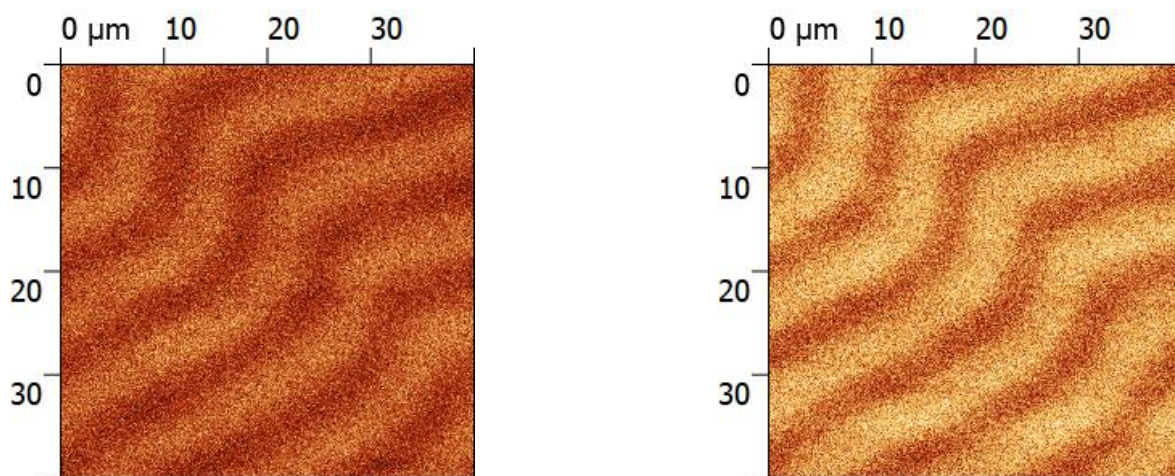
V kapitole 2 byly zmíněny síly, které působí mezi povrchem a hrotem, a to, že magnetické síly působí i na vzdálenosti, kde je vliv meziatomárních sil zanedbatelný. Pro první měření na neznámém vzorku a místě je lépe zvolit menší rychlost a větší výšku, aby se bezpečně určila topografie a v případě větších artefaktů se tyto nepromítly

do obrazu z magnetického skenování. V této části se pokouším vysledovat, jak se mění magnetický kontrast v závislosti na výšce D zdvihu hrotu hrotu při druhém průchodu nad vzorkem.

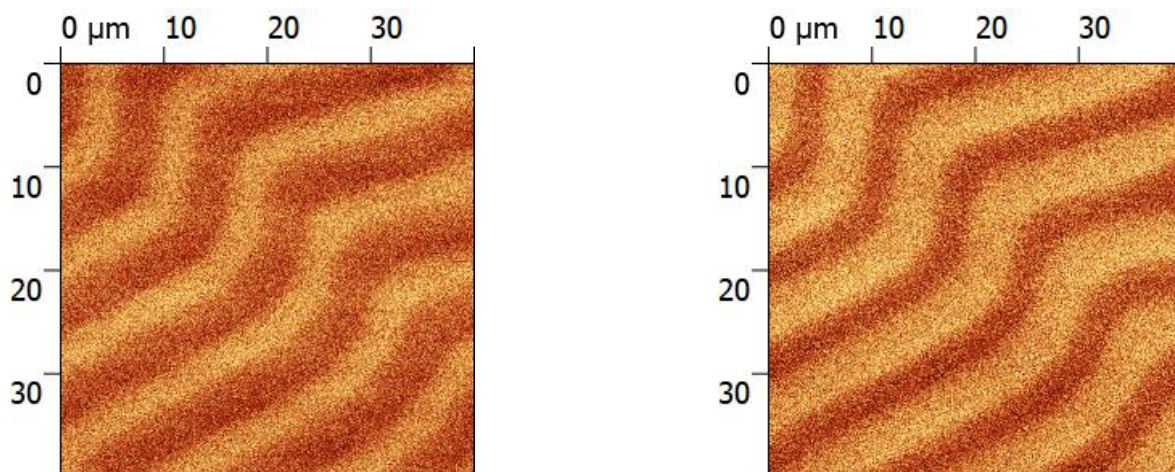
V prvním fázi jsem zjišťoval na několika místech topografii vzorku, abych našel vhodné místo bez velkých nepravidelností a vysokých struktur. Následně jsem použil metodu dvojího průchodu, kdy nejprve skenujeme povrch v semikontaktu, potom hrot zvedneme o určenou výšku nad strukturu povrchu (lift-mode). Na obrázku 3.13 vlevo je topografie proměřená v semikontaktu AFM, vpravo je příslušný magnetický kontrast ($\Delta\varphi$), následující obrázky pak zachycují změnu magnetického kontrastu a poměru signál/šum s výškou D . Celé měření jsem prováděl s hrotem MFM10.



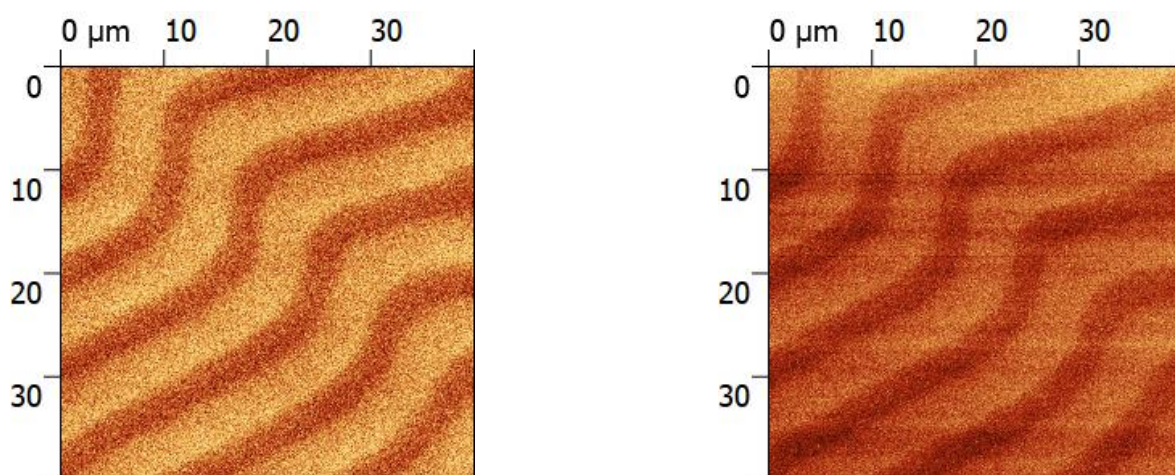
Obrázek 3.13: Topografie určená semikontaktním AFM (vlevo) a příslušný MFM kontrast (vpravo) při zdvihu hrotu při druhém průchodu 2000 nm



Obrázek 3.14: MFM kontrast při zdvihu hrotu 1000 nm a 500 nm



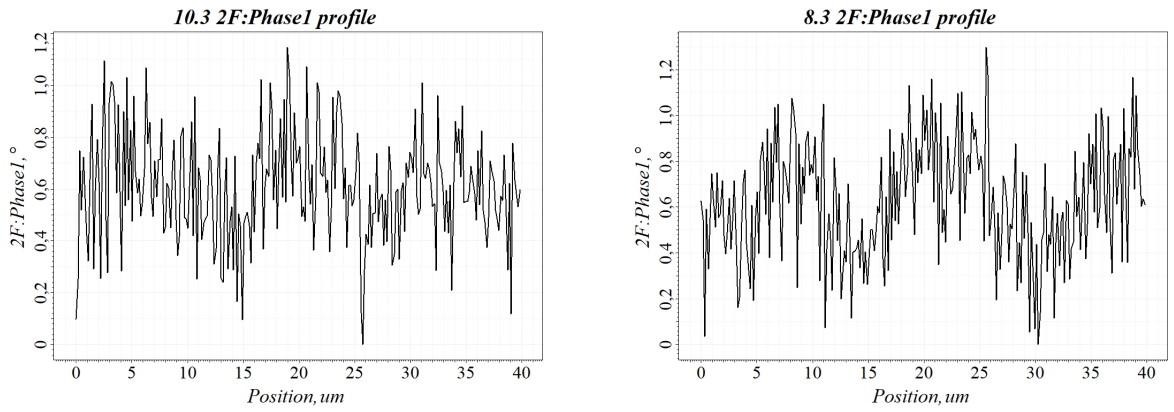
Obrázek 3.15: *MFM kontrast při zdvihu hrotu 300 nm a 200 nm*



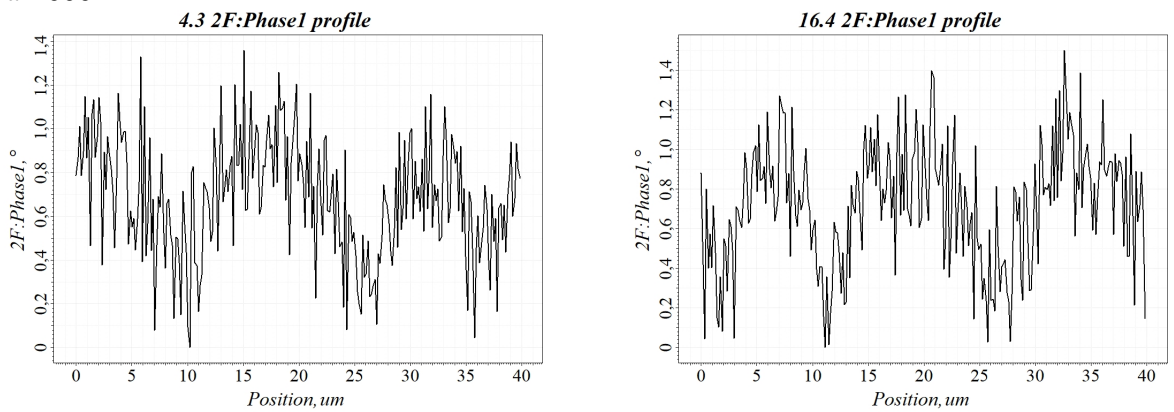
Obrázek 3.16: *MFM kontrast při zdvihu hrotu 100 nm a 50 nm. Vzhledem k nejvyšším topografickým strukturám dosahujícím přibližně stejné výšky začíná už být MFM obraz rušen artefakty souvisejícími s topografickou strukturou*

První měření bylo provedeno ve vzdálenosti mezi povrchem vzorku a hrotem $D = 2000$ nm. Ukázalo se, že materiál vykazuje velmi silné magnetické působení na hrot. Výšky v řádu 1000 nm se v literatuře nedoporučují, proto jsem ani neočekával, že zde budou domény patrné. Přesto, jak je vidět na obrázku 3.13 vpravo, lze rozeznat málo kontrastní, ale zřejmou magnetickou odezvu. V této výšce sice působí na hrot už jen slabé magnetické síly, ale ještě lze rozlišit přítomnost doménové struktury.

V dalších měřeních byla snížena vzdálenost na 1000 nm a pak na 500 nm, viz obrázek 3.14. Magnetický kontrast se zvýšil a doménovou strukturu lze již zřetelně rozlišit. Na obrázcích 3.15 až 3.16 výška D dále postupně klesá a výsledná kvalita kontrastu a zřetelnost domén se zlepšuje.

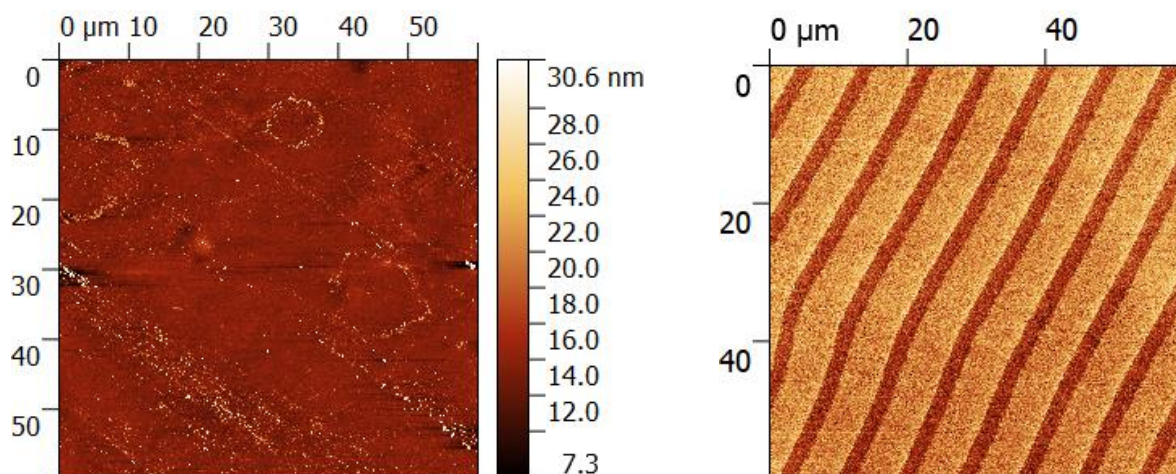


Obrázek 3.17: *Průběh magnetického kontrastu napříč doménami pro výšky $D = 2000$ nm a 1000 nm*

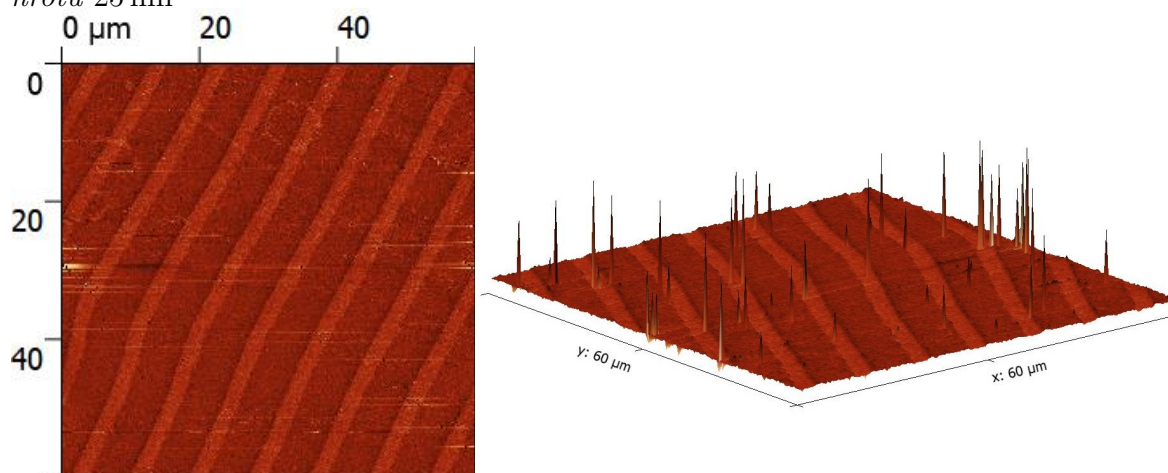


Obrázek 3.18: *Průběh magnetického kontrastu napříč doménami pro výšky $D = 500$ nm a 50 nm*

V předcházejícím měření bylo dosaženo výšky v 50 nm, což je v literatuře uváděno jako dostatečně malá vzdálenost pro MFM měření. Pro zachycení vlivu ostatních sil jsem se rozhodl jít dále i pod tuto hodnotu (měření bylo provedeno s týdenním časovým odstupem na jiném místě téhož vzorku). Na obrázku 3.19 je opět topografie a výška zdvihu $D = 25$ nm, což je přibližně i výška nejvyšších struktur na měřené ploše. Až na ojedinělé kazy je magnetický kontrast stále jen minimálně ovlivněn povrchem. Při ještě větším přiblížení na 5 nm na obrázku 3.20 už povrch začíná hrát významnou roli ve výsledném fázovém kontrastu. I když se teoreticky nerovný povrch při druhém průchodu kompenzuje, už sama rychlá změna výšky raménka řídicí jednotkou výsledek skenování ovlivní. Při vzorku s výraznější strukturou se její vliv projeví mnohem dříve.



Obrázek 3.19: *AFM topografie (vlevo), příslušný MFM kontrast (vpravo), vzdálenost hrotu 25 nm*



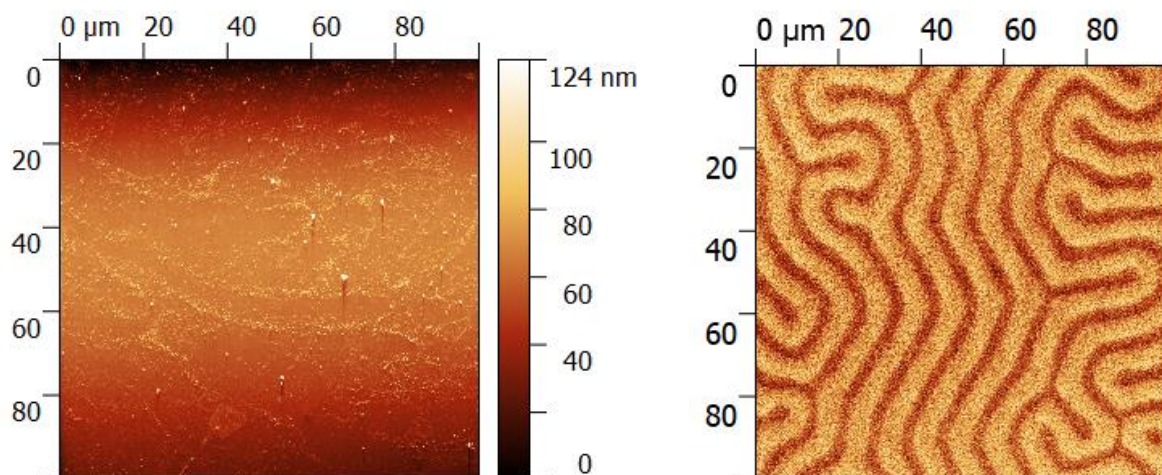
Obrázek 3.20: *MFM kontrast, vzdálenost hrotu 5 nm, vpravo zobrazení ve 3D pro zvýraznění topografických artefaktů*

3.2 Měření ve vnějším magnetickém poli

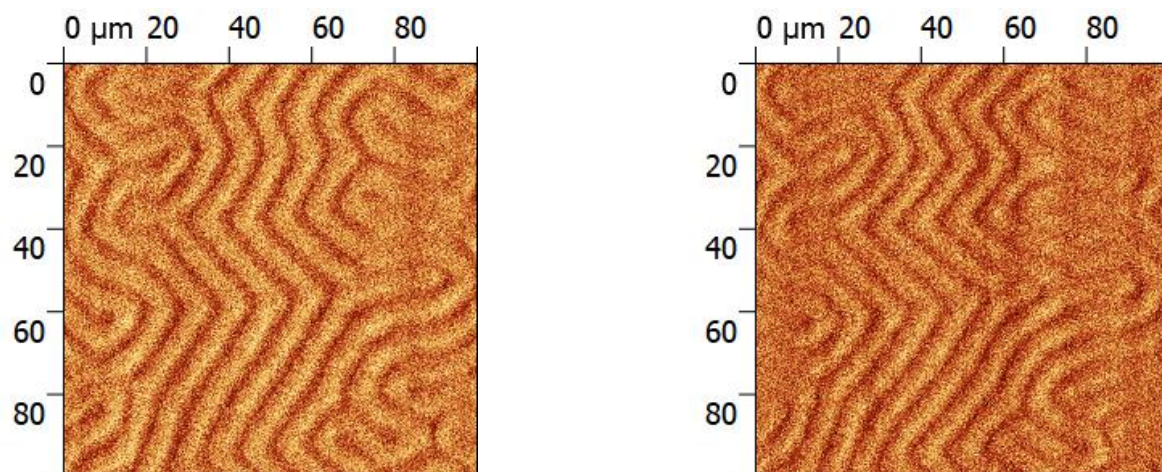
Jak bylo stručně nastíněno v kapitole 1, magnetické domény vytvářejí struktury, které jsou za daných podmínek energeticky nejvýhodnější. Je zřejmé, že při vložení vzorku do magnetického pole se tyto podmínky změní, což může vést, je-li pole dostatečně intenzivní, ke změně doménové struktury. Vzhledem k tomu, že samotné MFM měření poskytuje pouze informaci o změnách rozptylového pole nad vzorkem, lze z něj usuzovat na konkrétní tvar domén, nikoli jednoznačně na jejich magnetizaci. Další informace může poskytnout právě chování vzorku v magnetickém poli, jak bylo diskutováno v závěru kapitoly 1. Měření byla prováděna hrotem MFM10 ve výšce $D = 300$ nm.

3.2.1 Měření v podélném poli (in plane)

Magnetické pole je realizováno pólovými nástavci, které vytvářejí kolem vzorku pole rovnoběžné s rovinou povrchu vzorku, kolmo na raménko sondy. V práci [11] byla zobrazena magnetická struktura „closure“ (uzavírající se) domén FeNbSiB/FeSiB pásku a následně byl proveden experiment s aplikací externího magnetického pole v rovině vzorku (in plane). Tato interakce způsobila změnu – přechod od „uzavírajících“ domén do pásových domén.

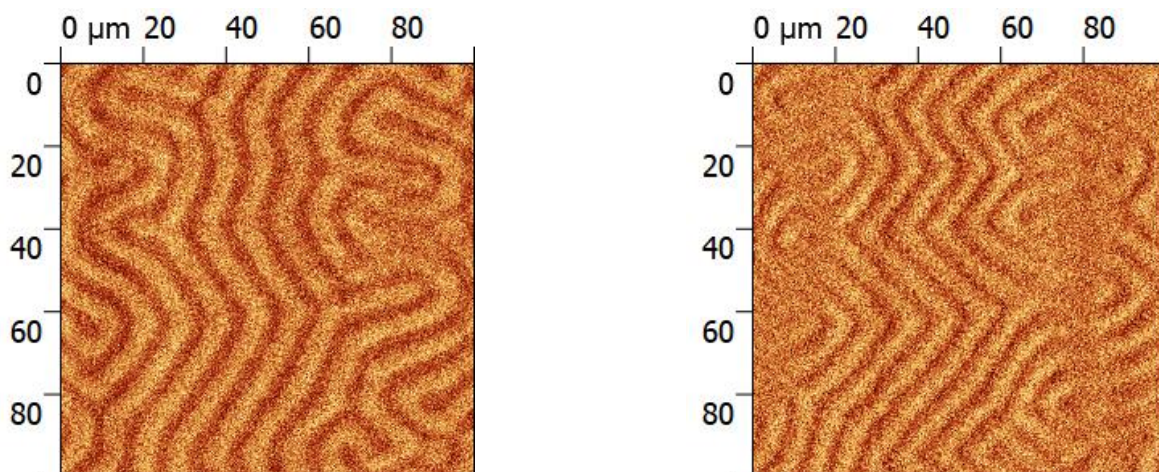


Obrázek 3.21: *AFM topografie (vlevo), příslušný MFM kontrast (vpravo)*

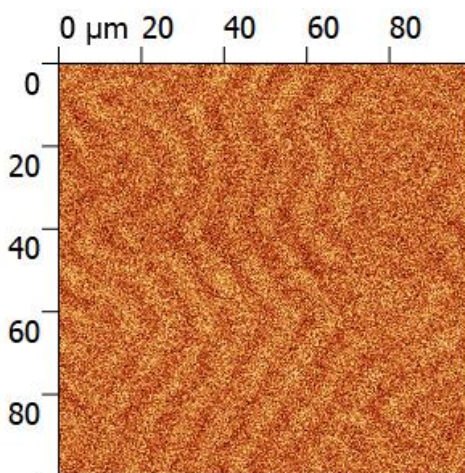


Obrázek 3.22: *MFM kontrast v podélném externím magnetickém poli 500 G (vlevo), 1000 G (vpravo)*

Jak ukázala předcházející měření, vzorek $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ má velmi jasnou doménovou strukturu. Aplikoval jsem na ni in-plane pole různé intenzity s cílem zjistit,



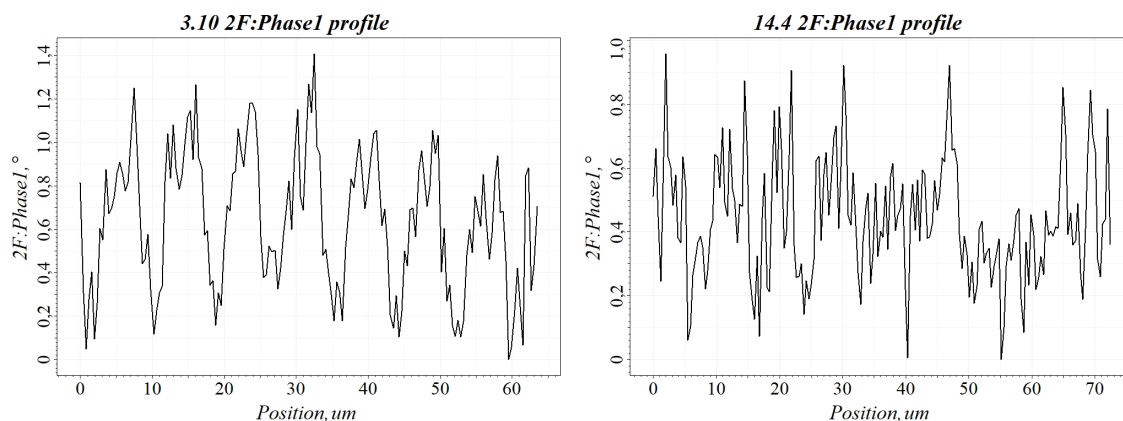
Obrázek 3.23: *MFM kontrast bez externího magnetického pole (vlevo), s externím podélným magnetickým polem -1000 G (vpravo)*



Obrázek 3.24: *Následný MFM kontrast bez externího magnetického pole*

jak na ně bude reagovat. Na obrázku 3.21 je zobrazena AFM topografie a příslušný magnetický kontrast před zapnutím pole. Dále jsem postupně zvyšoval in-plane magnetickou indukci až po 1000 Gauss, výsledky pro 500 a 1000 Gauss jsou znázorněny na obrázku 3.22. I při tomto poměrně silném poli lze pozorovat jen ojedinělé změny v detailech doménového uspořádání a mírné protažení domén ve směru pole. Také se zhoršuje kontrast zobrazení. Další měření (obr. 3.23 vlevo) bylo provedeno opět bez zapnutého pole, kde se struktura vrátila do svého původního stavu, až na několik lokálních změn v detailech. Následně jsem aplikoval pole opačné polarity, pro $B = -1000$ G je výsledek na obrázku vpravo. Poslední měření (obr. 3.24) bylo znova provedeno bez působení magnetického pole, kdy doménová struktura vypadala opět obdobně jako na výchozím

obrázku 3.21, je ale daleko méně zřetelná. Důvodem však není změna struktury vzorku, ale odmagnetování hrotu, viz také obrázek 3.25. Po obnovení magnetizace hrotu byl magnetický kontrast měření na vzorku stejný jako na začátku. Vzhledem k minimální reakci vzorku na podélné pole lze usoudit, že je materiál buď velmi magneticky stabilní, nebo má dominantní magnetizaci v příčném směru.

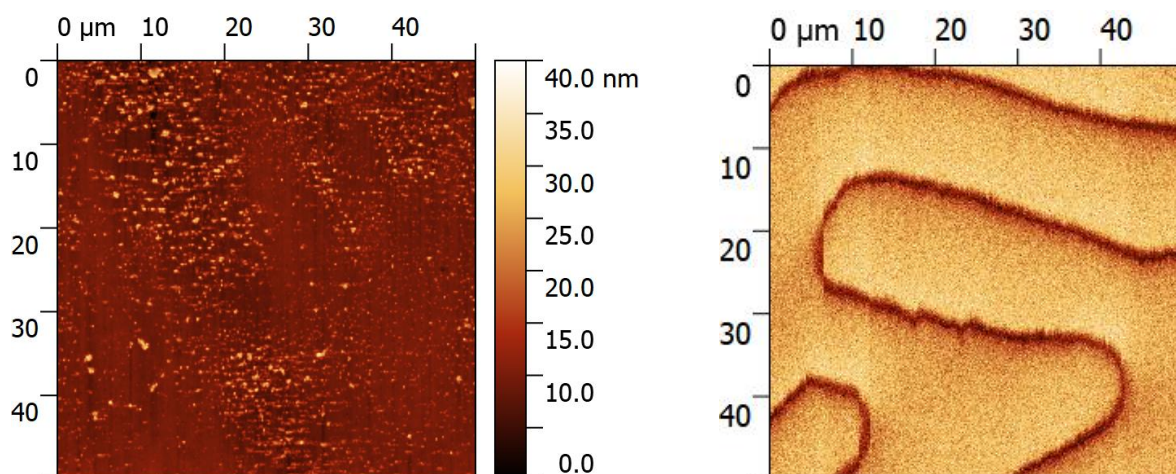


Obrázek 3.25: *Profil domén z prvního MFM měření před aplikací pole (vlevo) a profil z posledního měření po aplikaci in-plane pole proměnlivé orientace (vpravo). Lze pozorovat nárůst šumu a pokles kontrastu v důsledku poklesu magnetizace hrotu. Na záznamu z úvodního měření je magnetický kontrast cca $1,3^\circ$. Po několika změnách směru i intenzity pole klesl na cca $0,9^\circ$*

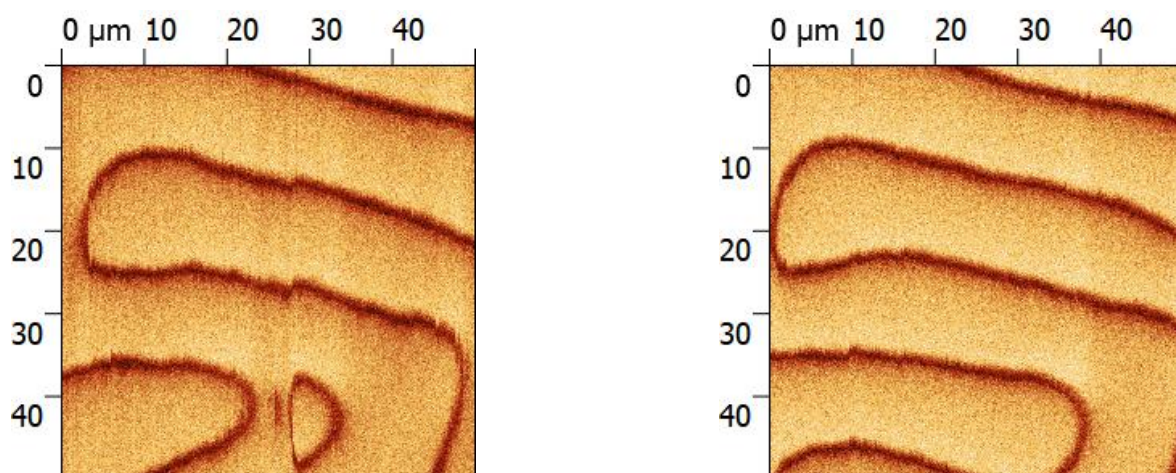
3.2.2 Měření v příčném poli (out of plane)

Na příčné magnetické pole (out of plane, kolmo na plochu vzorku) vzorek velmi výrazně reagoval, a to už při malých intenzitách. Změny v doménové struktuře v závislosti na měnícím se vnějším magnetickém poli obsahuje následující série obrázků.

Na obrázku č. 3.26 vlevo je ukázána topografie vzorku $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$. Maximální dosažitelná hodnota nastavení magnetu, generujícího v použité sestavě MFM pole příčné k povrchu vzorku, je ± 500 G, tj. poloviční proti použitým nástavcům pro longitudinální pole. Měření jsem zahájil na 500 G, první obrázek 3.26 vpravo ukazuje 400 G, pole jsem pak postupně snižoval. S každým poklesem magnetického pole lze pozorovat posun a zužování světle zobrazených domén a rozšiřování tmavých linií. Na obrázku 3.29 vlevo je zachycen magnetický kontrast bez externího pole. Následně byla změněna polarita pole. Při poli -350 Gauss se podařilo zaznamenat těžko opakova-

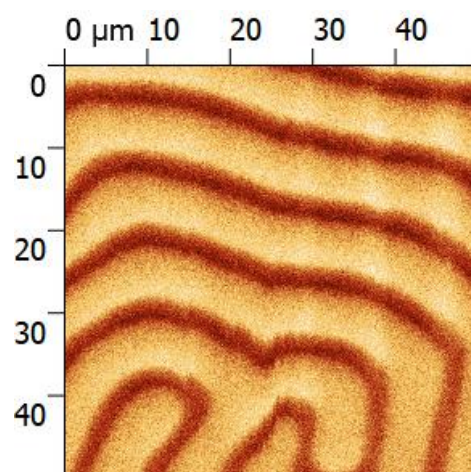
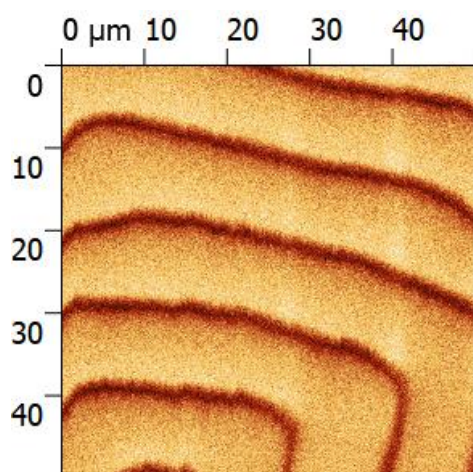


Obrázek 3.26: *AFM topografie (vlevo), příslušný MFM kontrast v externím příčném magnetickém poli 400 G (vpravo)*

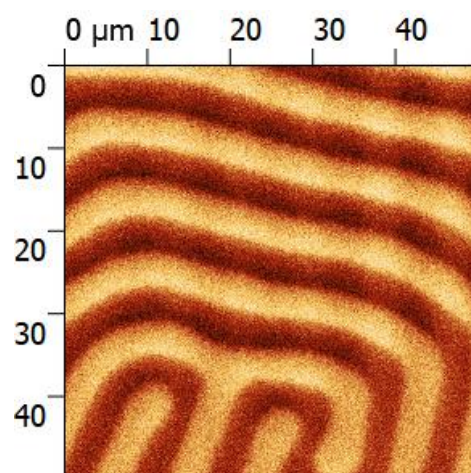
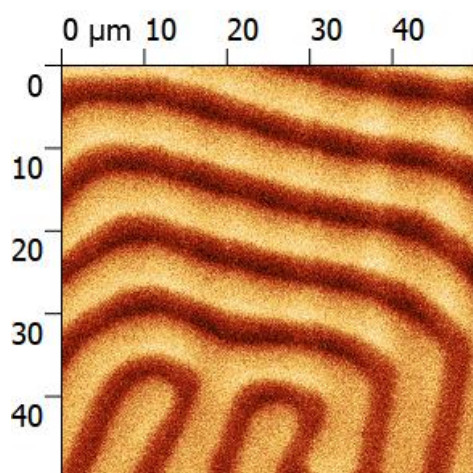


Obrázek 3.27: *MFM kontrast v externím příčném poli 375 G (vlevo), 350 G (vpravo). Levý obrázek nezachycuje skutečnou statickou situaci, ale je odrazem dynamického vývoje doménového uspořádání. Ačkoli bylo vnější pole po celou dobu skenu stálé, doména vlevo dole se postupně (možná i vlivem interakce s hrotem) prodlužovala, její čelo je tedy na obrázku zachyceno opakovaně*

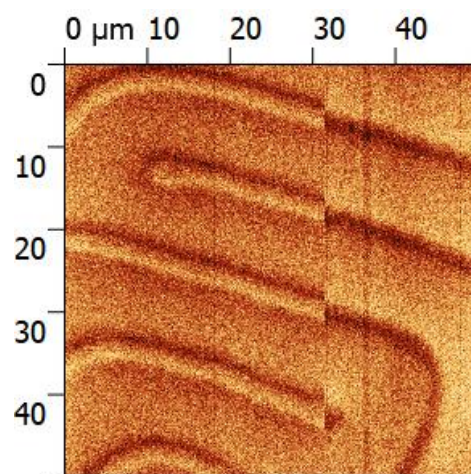
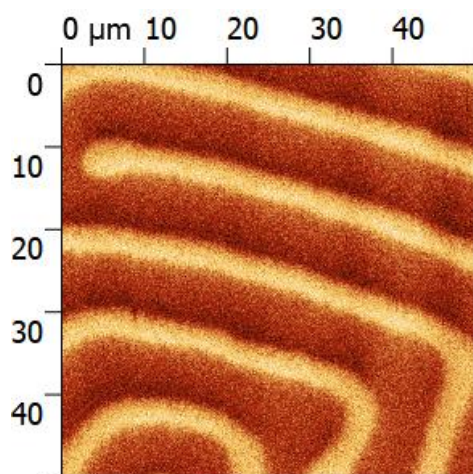
telný moment, kdy v rámci jednoho skenu došlo k přemagnetování hrotu, viz obrázek 3.30. Proti předchozímu skenu poklesl kontrast a na sloupci v úrovni 32. mikrometru se obraz změnil v inverzní. Taková změna magnetizace hrotu patří k vadám, které již byly diskutovány dříve. V ideálním měření by se to nemělo stát – magneticky tvrdší hrot by si svou magnetizaci udržel. Další obrázky byly měřeny v poli -400 G a -500 G, jsou inverzní oproti tomu, jak by byly zachyceny, pokud by si hrot zachoval svou pů-



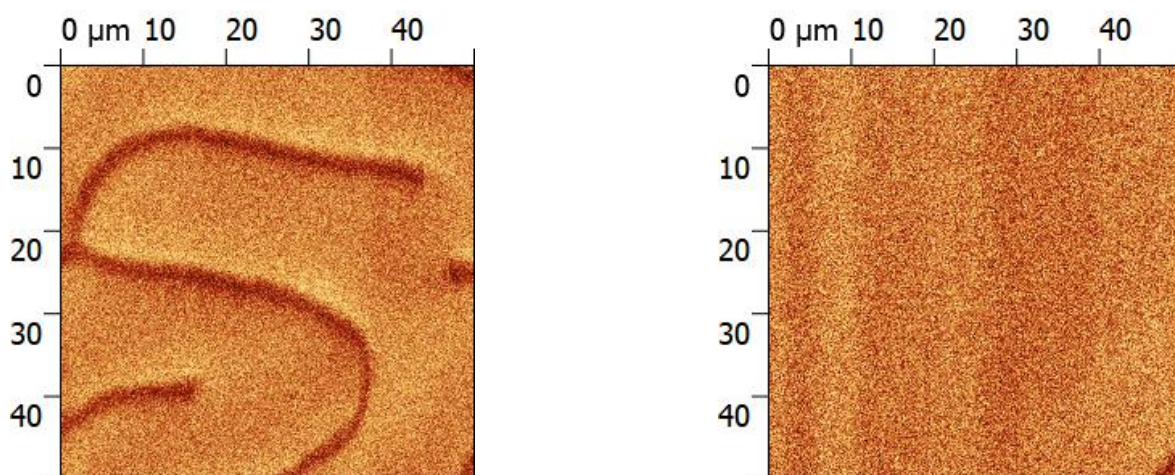
Obrázek 3.28: *MFM kontrast v externím příčném poli 300 G (vlevo), 100 G (vpravo)*



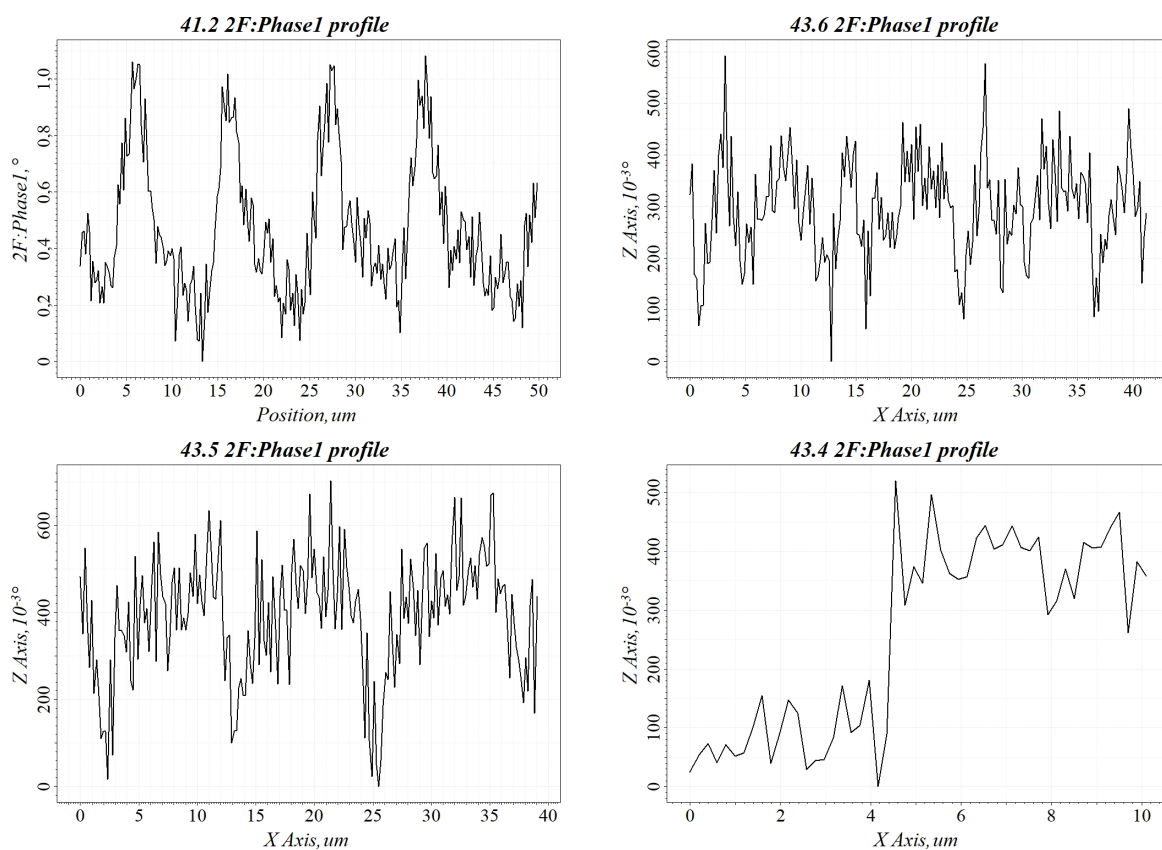
Obrázek 3.29: *MFM kontrast při 0 G (vlevo) a v externím příčném poli -100 G (vpravo)*



Obrázek 3.30: *MFM kontrast v externím příčném poli -300 G, (vlevo) -350 G (vpravo)*



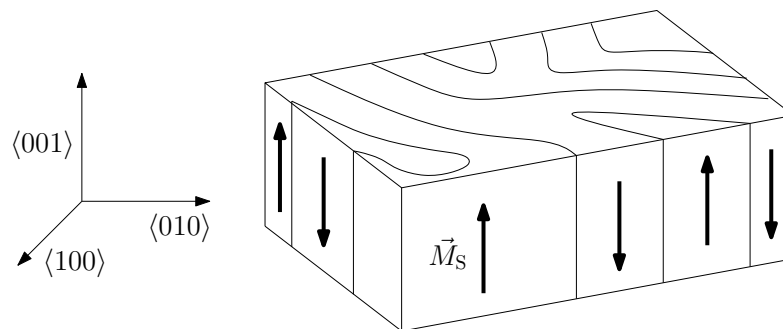
Obrázek 3.31: MFM kontrast v externím příčném poli -400 G, (vlevo) a -500 G (vpravo)



Obrázek 3.32: Profily MFM kontrastu napříč doménami (první tři obrázky) a podél domény (poslední obrázek). První obrázek byl zaznamenán při -300 G, druhý -350 G před a třetí po přemagnetování hrotu – vůči prvnímu je převrácený. Čtvrtý profil kopíruje jednu z domén v externím magnetickém poli a zachycuje převrácení magnetizace hrotu

vodní magnetizaci, tj., pokud by nedošlo k přemagnetování hrotu, tmavé domény by byly široké a světlé velmi úzké. Na posledním je velká doména téměř přes celou plochu, jen vlevo dole je velmi krátká linie odpovídající druhému typu. Na závěr uvádím ještě několik profilů (obrázek 3.32). První odpovídá -300 G, druhý -350 G před a třetí po přemagnetování hrotu – vůči prvnímu je převrácený. Čtvrtý profil kopíruje jednu z domén – pokud by magnetizace hrotu byla stálá, byl by průběh až na šum konstantní.

3.2.3 Shrnutí výsledků měření v magnetickém poli



Obrázek 3.33: *Nepravidelné magnetické domény s otevřenými póly, magnetizace ve směrech $\langle 001 \rangle$ a $\langle 00\bar{1} \rangle$, které odpovídají snadné ose*

O vzorku epitaxní vrstvy $(\text{YSmLuCa})_3(\text{FeGe})_5\text{O}_{12}$ na podložce $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ jsem na základě měření učinil tyto závěry

1. Tento materiál má jasnou doménovou strukturu. Domény byly dobře viditelné jak v blízkosti povrchu, tak při malém i velkém zdvihu při MFM měření, rozptylové pole tedy musí být poměrně silné, a to až do té míry, že u vzorku s nejširší vrstvou to ztěžovalo přistání hrotů v semikontaktu. Ty měly tendenci k nežádoucím oscilacím amplitudy, zejména typ MFM10, což patrně souvisí s jeho vyšší rezonanční frekvencí. Proto předpokládám, že doménová struktura pravděpodobně není uzavřená.
2. Aplikace longitudinálního pole nevyvolala významnou změnu doménové struktury. Buď mělo toto přiložené pole směr obtížné osy, nebo má materiál velice vysokou koercitivitu.
3. Působení pole kolmého na vzorek vyvolalo výraznou změnu velikosti a tvaru

domén. Takto se typicky chovají domény, jejichž magnetizace má převažující směr paralelní a antiparalelní s přiloženým polem.

Všechny tyto body nasvědčují tomu, že by dominantní doménová struktura mohla vypadat přibližně tak, jak je naznačeno na obrázku č. 3.33. Takový materiál by měl výrazné rozptylové pole, protože domény nejsou uzavřené, jen málo by reagoval na podélné pole a výrazně by se měnil v příčném poli, kdy by se domény jedné orientace magnetizace (ve směru pole) rozšiřovaly, opačné zužovaly, až by zcela vymizely.

Závěr

Mikroskopie atomárních a magnetických sil je účinným nástrojem pro studium magnetických struktur s rozlišením až k 20 nm, proto je velmi vhodná ke studiu mikroskopických i nanoskopických magnetických struktur. Není to ale metoda jednoduše použitelná pro rutinní měření, protože má mnoho parametrů, jejichž nevhodné nastavení výrazně zhorší kvalitu nebo zcela znemožní měření. Protože MFM měření je stále méně rozšířeno než AFM, informace k práci v tomto režimu nejsou v průvodních materiálech výrobců zpracovány do takových detailů a člověku, který se s touto metodou teprve seznamuje, mohou působit problémy. Navíc, je-li struktura vzorku předem neznámá, může být obtížné nastavit správné podmínky. Lze se setkat se zobrazením topografických struktur, které se ve skutečnosti na povrchu vzorku nevyskytují (ať už v důsledku magnetických nebo elektrostatických sil), poklesem kontrastu obrazu v průběhu měření, problémem správně přistát s hrotem i tehdy, kdy je povrch vzorku hladký a podobně. Ve své práci jsem se věnoval výběru hrotu, výšce nad vzorkem v režimu lift-mode, různým vadám měření a na závěr vlivu magnetického pole nejen na vzorek, ale i na kvalitu záznamu.

Sondy MFM01 a MFM10 mají hrot tvaru pyramidy a tedy i poměrně rychle se tedy rozšiřují, jsou méně schopné detailně proměřit topografii. Magnetickou vrstvu tvoří CoCr. Měly větší podíl šumu, zejména MFM10, který také snadno přecházel do nežádoucích oscilací. Nejlépe se mi osvědčil hrot HA_FM CoFe, který má válcový hrot o průměru menším než 2 mikrometry, kónicky zakončený, vykazoval malý šum a poskytoval detailní a kontrastní obraz. Navíc, na rozdíl od hrotů řady MFM, si i lépe udržoval svou magnetizaci v proměnném magnetickém poli.

Parametry, které společně ovlivňují AFM i MFM měření, jsou rychlost a směr skenování a artefakty vznikající v důsledku interakce hrotu s vysokými strukturami, která na nějakou dobu (část nebo i celý zbytek řádku či i více řádků) naruší přesnost

měření. V magnetickém kontrastu také mohou vznikat obrazy těchto topografických struktur, kdy je sporné, zda se jedná pouze o artefakt, nebo zda tato struktura vytváří kolem sebe i magnetické pole. Toto lze částečně řešit pomalejším skenováním nebo proměřením stejného místa více směry.

Při MFM měření je důležité mít správně zmagnetovaný hrot, při malé magnetizaci je magnetický obraz nezřetelný a zaniká v šumu, přemagnetovaný hrot ale ztěžuje přistání při semikontaktním AFM měření pro zjištění topografie povrchu a může vést k vykreslení nereálných struktur v topografii. Magnetizace hrotu se obvykle volí svislá, ale určité změny pole mohou být lépe zachyceny při jiném úhlu zmagnetování, viz vztahy (2.21) a (2.22). Magnetizaci hrotu je třeba hlídat i při měření v proměnném magnetickém poli, protože může v jeho průběhu klesat nebo i zcela změnit svou orientaci.

Nevýhodou MFM je poměrně malé zobrazované pole, kdy domény velkých rozměrů nemusejí být zachyceny, a také nejednoznačná interpretace magnetického kontrastu v důsledku neznámých parametrů hrotů. Ačkoli se řada vědeckých pracovišť snaží tento problém řešit, viz např. přehledový materiál [41], výsledky ještě nejsou standardní součástí MFM přístrojů. Jak jsem si ověřil v závěrečných měřeních s podélným a příčným magnetickým polem, analýza vzorku v těchto podmínkách může informace získané prostým MFM obrazem vhodně doplnit a indikovat směr magnetizace zobrazovaných domén.

Literatura

- [1] CULLITY, B. D., GRAHAM C. D. *Introduction to Magnetic Materials*. (2nd Ed.), Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2009. ISBN: 9780471477419.
- [2] GETZLAFF, M. *Fundamentals of Magnetism*. Springer-Verlag, Berlin, 2008, ISBN: 978-3-642-06827-0.
- [3] CHIKAZUMI, S. *Physics of ferromagnetism* (2nd edition). Clarendon Press, Oxford 1997. ISBN: 9780198517764.
- [4] HUBERT, A. AND SCHAFFER, R.. *Magnetic domains*, Springer, Berlin 1998. ISBN: 978-3-540-64108-7
- [5] BINNIG, G., et al. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Physical Review Letters*, vol. 49, no. 1, 1982.
- [6] KUBÍNEK, R., VŮJTEK, M., MAŠLÁŇ, M. *Mikroskopie skenující sondou*, Olomouc: Vydavatelství Univerzity Palackého, 2003. ISBN 80-244-0602-0.
- [7] BINNIG, G., QUATE, C. F., GERBER, C. Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, vol. 56, no. 9, 1986.
- [8] De LOZANNE, A. Application of magnetic force microscopy in nanomaterials characterization. *Microscopy Research and Technique*, vol. 69, pp. 550–562, 2006.
- [9] SÁENZ J. J., GARCÍA N. Observation of magnetic forces by the atomic force microscope. *Journal of Applied Physics*, vol. 62, p. 4293, 1987.
- [10] KUBÍNEK, R., VŮJTEK, M., MAŠLÁŇ, M. *Nanoskopie* Olomouc: Vydavatelství Univerzity Palackého: 2012. ISBN: 978-80-244-3102-4

- [11] MARKOV, D. *Pozorování magnetických domén metodami magneto-optické Kerrový mikroskopie a mikroskopie magnetických sil*. Ostrava, 2013. Bakalářská práce (Bc.), VŠB – TU Ostrava.
- [12] MAGONOV, S. N., WHANGBO M. H. *Surface Analysis with STM and AFM. Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis*. Wiley-VCH, 1996. ISBN: 978-3527293131
- [13] MARTIN, Y., WICKRAMASINGHE, H. K. Magnetic imaging by „force microscopy“ with 1000 Å resolution. *Applied Physics Letters*, vol 50, p. 1455, 1987.
- [14] ntmdt-tips.com., *golden series*, 2018 [online]. Dostupný na: <http://www.ntmdt-tips.com/products/group/golden> [cit. 2018-03-16].
- [15] FERRI, F. A., PEREIRA-da-SILVA, MAREGA, E. Jr. Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications. *Atomic Force Microscopy – Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale*, pp. 39-55, 2012 Dr. Victor Bellitto (Ed.), ISBN: 978-953-51-0414-8, InTech, Dostupný na: <http://www.intechopen.com/books/atomic-force-microscopy-imaging-measuring-and-manipulating-surfaces-atthe-atomic-scale/magnetic-force-microscopy-basic-principles-and-applications>
- [16] spmtips.com *CONTACT MODE*, 2018 [online]. Dostupný na: <https://www.spmtips.com/how-to-choose-by-AFM-technique-contact-mode.html> [cit. 2018-03-18].
- [17] RUSSEL, P., *AFM Probe Manufacturing* pdf 2008, Appalachian State University. Dostupný na: <https://www.agilent.com/en/library/literature> [cit. 2018-02-14].
- [18] PORTHUN, S., ABELMANN, L., LODDER, C. Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 182, pp. 238-273., 1998
- [19] TOKAREV, A., TROTSSENKO, O., GRIFFITHS, I. A., HOWARD, A., MINKO, S., Magnetospinning of Nano- and Microfibers *Advanced Materials*, 2015.

- [20] KURAMOCHI, H., et. al. Advantages of CNT–MFM probes in observation of domain walls of soft magnetic material. *Surface Science*, Vol. 601(22), 2007, pp. 5289–5293
- [21] LANDAU, L.D., LIFSHITZ, E.M. *Course of theoretical physics* 4th rev. eng. ed., Butterworth-Heinemann, 2010. ISBN: 978-0750627689.
- [22] Ntmdt-si.com., *Intermolecular Van Der Waals force*, 2018 [online]. Dostupný na: [https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-\(sfm\)/22-cantilever-sample-force-interaction/224-the-van-der-waals-force/](https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-(sfm)/22-cantilever-sample-force-interaction/224-the-van-der-waals-force/) [cit. 2018-03-17].
- [23] KAPLAN, I., RODIMOVA, O. *Intermolecular interactions* Uspekhi Fizicheskikh Nauk, 126(11), pp. 403-449.
- [24] STEED, J.W., ATWOOD, J.L. *Supramolecular Chemistry* Chichester, UK: Wiley. ISBN: 978-0470512333
- [25] Chemical Encyclopedia. *dispersion interaction*. 2d rev — Moscow: Sovetskaja ehnciklopedija, 1990.
- [26] ISRAELACHVILI, J. *Intermolecular and surface forces* Burlington, MA: Academic Press. ISBN: 978-0-12-391927-4
- [27] ABELMANN, L., VAN DEN BOS, A., LODDER, C. *Towards higher resolution in Magnetic Force Microscopy* Springer, Berlin, Heidelberg, 2005, ISBN: 978-3-540-40186-5
- [28] LENNARD–JONES, J. E. *On the Determination of Molecular Fields*, Proceedings of the Royal Society of London, vol.106 (738), pp463–477, 1924
- [29] SAINT JEAN, M., HUDLET, S., GUTHMANN, C. and BERGER, J. Van der Waals and capacitive forces in atomic force microscopies. *Journal of Applied Physics*, 86(9), pp. 5245-5248., 1999
- [30] MIRONOV, V., *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*, The Russian Academy of Sciences, 2014

- [31] HOPSTER, H., OEPPEN, H. P. ed. *Magnetic microscopy of nanostructures*. Berlin, Springer, 2005. ISBN 3-540-40186-5.
- [32] HENDRYCH, A. *Magnetické vlastnosti nanokompozitních materiálů*, Olomouc, 2010 dizertační práce, Univerzita Palackého v Olomouci
- [33] Ntmdt-si.com., *MFM general concept*, 2018 [online]. Dostupný na:
[https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-\(sfm\)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/271-mfm-general-concept](https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-(sfm)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/271-mfm-general-concept) [cit. 2018-03-17].
- [34] CHAPLYGINA, J. A., *Nanotechnology in electronic*, Moskva, technosfera, vol 2, 2013 ISBN: 978-5-94836-353-0
- [35] Ntmdt-si.com., *Non-Contact mode*, 2018 [online]. Dostupný na:
<http://www.ntmdt-si.com/resources/spm-principles/atomic-force-microscopy/amplitude-modulation-afm/non-contact-mode> [cit. 2018-03-17].
- [36] KASAI, T., ISHIDA, F., ANDO, K. *Growth reproducibility of the bubble properties of (YSmLuCa)₃(FeGe)₅O₁₂ films*. Materials Research Bulletin, 13(8), pp. 849-856.
- [37] DOVGII, V., et al. Domain structure and magnetic properties of iron garnet films under mechanical stresses. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 172(1-2), pp. 77-82.
- [38] ntmdt-tips.com., *Probes MFM01*, 2018 [online]. Dostupný na:
<http://www.ntmdt-tips.com/products/view/mfm01> [cit. 2018-03-18]
- [39] tipsnano.com., *Probes MFM10*, 2018 [online]. Dostupný na:
<https://tipsnano.com/catalog/afm-standard/magnetic/mfm10/> [cit. 2018-03-18]
- [40] ntmdt-tips.com., *Probes HA_FM Co/Fe*, 2018 [online]. Dostupný na:
<http://www.ntmdt-tips.com/products/view/ha-fm-cofe> [cit. 2018-03-18]
- [41] MikroMasch[®]. *Characterization and calibration of MFM tip. Quantitative measurements in Magnetic Force Microscopy* [online]. Dostupný na:
https://www.ece.nus.edu.sg/stfpage/elewuyh/News/mfm_cali.pdf
[cit. 2018-03-17].